



**Nuno José Fernandes    Metrologia Aplicada ao Desenvolvimento de  
Rodrigues                    Sistemas de Medição**



**Nuno José Fernandes    Metrologia    Aplicada    ao    Desenvolvimento    de  
Rodrigues                    Sistemas de Medição**

Dissertação apresentada à Universidade de Aveiro para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Engenharia do Ambiente, realizada sob a orientação científica do Prof. Doutor Manuel Arlindo Amador de Matos, Professor Auxiliar do Departamento de Ambiente e Ordenamento da Universidade de Aveiro.

*Afinal, o erro e a incerteza são intrínsecos ao Homem...*

## **o júri**

Presidente

Professor Doutor Luís António da Cruz Tarelho

Professor Auxiliar do Departamento de Ambiente e Ordenamento da Universidade de Aveiro

Professor Doutor Manuel Arlindo Amador de Matos

Professor Auxiliar do Departamento de Ambiente e Ordenamento da Universidade de Aveiro  
(Orientador)

Doutor Álvaro Silva Ribeiro

Chefe do Núcleo de Qualidade Metrológica do Laboratório Nacional de Engenharia Civil  
Investigador Auxiliar

## **agradecimentos**

Ao Professor Arlindo Matos, como orientador desta dissertação, mas sobretudo por me ter dado a oportunidade de aprender e trabalhar no seu grupo de trabalho, grato também pelo tempo (muito) dispendido na orientação e desenvolvimento do sistema de medição, permitindo em tempo útil cumprir com os objectivos propostos. Pela confiança e amizade demonstradas o meu muito Bem-Haja.

Ao Eng. Eduardo Fernandes, Eng. Carlos Pedro e Eng. Isabel Nascimento da empresa Sondar, pela disponibilização de materiais e equipamentos de referência, importantíssimos para a obtenção dos resultados apresentados. A todos os meus colegas de trabalho da empresa Sondar, em especial ao João Sampaio e Nuno Laranjo pelas ideias e sugestões.

À Eng. Alexandra Silva do IDAD pela disponibilização de misturas de gases certificadas.

Aos colegas de laboratório, à Viviana Ferreira pelas sugestões iniciais e ao Daniel Neves pelas úteis discussões.

Aos amigos da hora de almoço, Vera, Pedro, Vânia e Alexandra pela companhia e pelas animadas e prolongadas conversas...

Em especial, aos meus familiares, mãe Maria Fernandes, pai Manuel Rodrigues, gémeo João Rodrigues, irmã Conceição Rodrigues e irmão Vítor Rodrigues pelo vosso incentivo e apoio incondicional um grande Bem-Haja.

Dedico este trabalho aos meus Pais.

## **palavras-chave**

Calibração dinâmica, diluição dinâmica, factores de resposta, incerteza de medição, medidores de caudal mássico de gás, metrologia de gases, sistemas de medição

## **resumo**

Metrologia, também conhecida como a “ciência das medições” é uma área transversal a quase todos os campos da ciência e engenharia. Este tema foi objecto de estudo neste trabalho.

No decorrer deste trabalho, foi desenvolvido, a partir de uma versão anterior, um sistema de medição que contempla um dispositivo de diluição de gases, um dispositivo para preparação de misturas gasosas contendo vapores e um sistema de análise de misturas gasosas, assentes numa tecnologia de controlo e aquisição de dados.

O sistema de medição desenvolvido encontra-se operacional e foi calibrado de forma a estabelecer uma cadeia de rastreabilidade para cada sensor de medida.

Foi aplicada a metodologia de cálculo de incertezas publicada no documento GUM, designada de “lei de propagação de incertezas”, à calibração de um sensor de temperatura, um sensor de pressão barométrica, três medidores de caudal mássico de gás, à calibração dinâmica e calibração simples de um sensor de CO<sub>2</sub> (NDIR) e dois sensores de O<sub>2</sub> (Electroquímica e Zircónio) e à calibração dinâmica de um medidor de caudal mássico de gás de grande capacidade.

A calibração de medidores de caudal mássico de gás foi efectuada para alguns gases puros (Ar, CO<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>) e misturas (ar seco) com o objectivo de determinar os factores de resposta destes sensores em função de um gás de referência (N<sub>2</sub>).

O modelo matemático de calibração dinâmica de sensores de composição e medidores de caudal mássico de gás, associado ao sistema de medição, foi validado, com recurso à comparação dos resultados obtidos através das metodologias de calibração dinâmica e calibração simples, para tal foram utilizados equipamentos padrão e materiais de referência certificados.

**keywords**

Dynamic calibration, dynamic dilution, response factors, measurement uncertainty, gas mass flow meters, gas metrology, measuring systems

**abstract**

Metrology also known as “measurement science” is a horizontal scientific-technical field which includes almost all subject fields in science and engineering. This subject was studied in this work.

A measuring system was developed from a preliminary version. It includes a device for gas dilution, a device for preparation gas mixtures containing vapours and a measuring system for gas mixtures analysis, under the support of an automatic system of control and data acquisition.

The measuring system developed is operational and was calibrated to settle a traceability chain for each measuring sensor.

For uncertainties evaluation the GUM methodology was applied to the calibration of a temperature sensor, a barometric pressure sensor, three gas mass flow meters, to the simple and dynamic calibration of CO<sub>2</sub> sensor (NDIR) and two O<sub>2</sub> sensors (electrochemical and zirconium) and to the dynamic calibration of a gas mass flow meter of high capacity.

The calibration of gas mass flow meters was made for some pure gases (Ar, CO<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>) and mixtures (dried air) with the aim to calculate the response factors of each one in order to a reference gas (N<sub>2</sub>).

The mathematical model of dynamic calibration developed for the measuring system was validated, through the comparison of both dynamic and simple calibration results using certified reference materials and reference equipments.

## Índice

Índice .....	i
Índice de Figuras .....	v
Índice de Tabelas .....	vii
Lista de Siglas .....	xi
Nomenclatura .....	xiii
1 Introdução .....	1
1.1 Enquadramento .....	1
1.2 Objectivos e organização do trabalho .....	3
1.3 Metrologia, perspectiva geral .....	4
1.3.1 Evolução histórica .....	4
1.3.2 Enquadramento da metrologia actual .....	5
1.3.3 Categorias e domínios da metrologia .....	6
1.3.4 Vocabulário Internacional de Metrologia .....	7
1.3.5 Sistema Internacional de Unidades .....	8
1.3.6 Organismos internacionais de metrologia .....	10
2 Metrologia aplicada .....	13
2.1 Padrões primários .....	13
2.2 Material de referência certificado .....	14
2.3 Laboratórios de metrologia .....	14
2.4 Rastreabilidade das medições .....	15
2.5 Confirmação metrológica .....	16
2.5.1 Requisitos normativos .....	16
2.5.2 Plano de confirmação metrológica .....	16
2.5.3 Calibração, avaliação da calibração e periodicidade de calibração .....	17
2.5.4 Erro e incerteza de medição .....	19
3 Metodologias de avaliação e cálculo de incertezas .....	21
3.1 Avaliação e cálculo de incertezas segundo a metodologia GUM .....	21
3.1.1 Especificação da mensuranda e identificação das grandezas de entrada .....	22
3.1.2 Determinação das estimativas para as grandezas de entrada .....	24
3.1.3 Avaliação das incertezas padrão para as estimativas das grandezas de entrada ....	24
3.1.3.1 Incertezas padrão tipo A .....	24
3.1.3.2 Incertezas padrão tipo B .....	25
3.1.4 Avaliação das covariâncias associadas às grandezas de entrada correlacionadas .	30
3.1.5 Cálculo do resultado da medição a partir das grandezas de entrada .....	31
3.1.6 Cálculo da incerteza padrão combinada .....	32
3.1.7 Cálculo da incerteza expandida .....	34
3.1.8 Apresentação dos resultados .....	37



3.2	Avaliação e cálculo de incertezas segundo o Método de Monte Carlo .....	40
3.3	Comparação das metodologias de cálculo de incertezas GUM e MMC .....	43
4	Desenvolvimento de sistemas de medição .....	45
4.1	Sistema de medição.....	46
4.1.1	Configuração e montagem .....	46
4.1.2	Sistema de diluição de gases.....	47
4.1.2.1	Sistema de evaporação de soluções aquosas .....	48
4.1.3	Sistema pneumático .....	49
4.1.4	Sistema de medição de gases.....	49
4.1.5	Ilustração do sistema de medição .....	51
4.2	Operação do sistema de medição .....	52
4.2.1	Hardware .....	52
4.2.2	Software.....	53
5	Testes metrológicos e calibração de sensores .....	55
5.1	Calibração do sensor de temperatura, termopar .....	56
5.1.1	Princípio de medição .....	56
5.1.2	Procedimento de calibração .....	57
5.1.3	Resultados da calibração .....	60
5.2	Calibração do sensor de pressão barométrica .....	62
5.2.1	Princípio de medição .....	62
5.2.2	Procedimento de calibração .....	63
5.2.3	Resultados da calibração .....	64
5.3	Calibração de medidores de caudal mássico de gás, GMFM .....	67
5.3.1	Princípio de medição .....	67
5.3.2	Procedimento de calibração .....	67
5.3.2.1	Calibração simples.....	68
5.3.2.2	Calibração dinâmica.....	70
5.3.3	Resultados da calibração .....	72
5.3.3.1	GMFM1 .....	72
5.3.3.2	GMFM2 .....	75
5.3.3.3	GMFM3 .....	78
5.4	Calibração de sensores de composição .....	82
5.4.1	Princípio de medição .....	82
5.4.1.1	Sensor de oxigénio, electroquímica.....	82
5.4.1.2	Sensor de dióxido de carbono, NDIR .....	83
5.4.2	Procedimento de calibração .....	83
5.4.2.1	Calibração simples.....	84
5.4.2.2	Calibração dinâmica.....	85
5.4.3	Resultados da calibração .....	86

5.4.3.1	Sensor de oxigénio, electroquímica.....	86
5.4.3.2	Sensor de dióxido de carbono, NDIR .....	90
6	Avaliação das calibrações e validação das incertezas de medição.....	93
6.1	Rastreabilidade das medições.....	93
6.2	Factores de resposta dos GMFM .....	94
6.3	Validação das incertezas de medição .....	97
7	Discussão e Conclusões .....	99
7.1	Discussão dos resultados .....	99
7.1.1	Calibração do sensor de temperatura, termopar.....	99
7.1.2	Calibração do sensor de pressão.....	100
7.1.3	Calibração de GMFM.....	100
7.1.4	Calibração dinâmica do sensor de O <sub>2</sub> , electroquímica e sensor de CO <sub>2</sub> , NDIR .....	100
7.1.5	Calibração dinâmica e calibração simples .....	101
7.1.6	Rastreabilidade das medições .....	101
7.1.7	Factores de resposta dos GMFM .....	102
7.2	Perspectivas de trabalho futuro .....	103
7.3	Conclusões .....	104
	Referências Bibliográficas .....	105
	Anexo A – Glossário.....	109
	Anexo B – Sistema Internacional de Unidades.....	117
	Anexo C – Modelo de diluição dinâmica .....	123
	Anexo D – Resultados das calibrações .....	127
	Anexo E – Operação do programa NUNCAL.....	139
	Anexo F – Certificação da mistura de CO <sub>2</sub> .....	145
	Anexo G – Calibração do cronómetro .....	147
	Anexo H – Certificado de calibração do multímetro.....	149

## Índice de Figuras

Figura 1.1 – A Convenção do Metro [adaptado: Howarth e Redgrave, 2008; Ribeiro, 2007] .....	11
Figura 2.1 – A cadeia de rastreabilidade [adaptado: Howarth e Redgrave, 2008] .....	15
Figura 2.2 – Processo de confirmação metrológica de equipamentos de medição [NP EN ISO 10012, 2005].....	17
Figura 2.3 – Avaliação dos resultados de uma medição [adaptado: Cabral, 2004; UKAS, 2000] ..	18
Figura 2.4 – Ilustração da dispersão dos valores de uma medição [adaptado: Eurolab, 2006].....	20
Figura 2.5 – Tipos de erros existentes numa medição e a sua influência na determinação do resultado e incerteza da medição [adaptado: Eurolab, 2006].....	20
Figura 3.1 – Diagrama Causa – Efeito: contribuição das várias fontes de incerteza para a incerteza da medição [adaptado: Ellison e Barwick, 1997; Filipe, 2004; Pereira e Requeijo, 2008].....	23
Figura 3.2 – Distribuição de probabilidade Normal [adaptado: Pereira e Requeijo, 2008].....	27
Figura 3.3 – Distribuição de probabilidade rectangular [adaptado: Cabral, 2004; UKAS M3003, 2007].....	28
Figura 3.4 – Distribuição de probabilidade triangular [adaptado: Cabral, 2004; UKAS M3003, 2007] .....	29
Figura 3.5 – Distribuição de probabilidade em U [adaptado: Cabral, 2004; UKAS M3003, 2007] ..	30
Figura 3.6 – Procedimento de avaliação da incerteza de medição segundo a metodologia GUM [adaptado: Cabral, 2004, Ribeiro, 2007] .....	39
Figura 3.7 – Procedimento de avaliação da incerteza de medição segundo a metodologia MMC [adaptado: Ribeiro, 2007] .....	42
Figura 4.1 – Esquema do circuito pneumático do sistema de diluição .....	48
Figura 4.2 – Vaso de preparação de misturas gasosas contendo vapores.....	49
Figura 4.3 – Esquema do circuito pneumático do sistema de medição de gases.....	50
Figura 4.4 – Vista frontal do sistema de medição .....	51
Figura 4.5 – Vista superior do sistema de medição .....	51
Figura 4.6 – Vista interior do sistema de medição .....	51
Figura 4.7 – Sistema de evaporação de soluções aquosas .....	51
Figura 4.8 – Menu principal do programa de operação, controlo e aquisição automática de dados NUNCAL.....	53
Figura 5.1 – Esquema da calibração do termopar pelo método de comparação .....	59
Figura 5.2 – Resultados da calibração do termopar .....	61
Figura 5.3 – Resultados da calibração ascendente do sensor de pressão PMB100 .....	66
Figura 5.4 – Esquema da calibração simples de GMFM .....	69
Figura 5.5 – Esquema de diluição dinâmica .....	70
Figura 5.6 – Esquema da calibração dinâmica do GMFM3.....	72
Figura 5.7 – Resultados das calibrações do GMFM1 com N <sub>2</sub> .....	74

Figura 5.8 – Resultados da calibração do GMFM1 com N <sub>2</sub> , O <sub>2</sub> e CO <sub>2</sub> .....	74
Figura 5.9 – Resultados das calibrações do GMFM2 com N <sub>2</sub> .....	77
Figura 5.10 – Resultados da calibração do GMFM2 com N <sub>2</sub> , O <sub>2</sub> , Ar, CO <sub>2</sub> e AirS .....	77
Figura 5.11 – Resultados das calibrações simples do GMFM3.....	79
Figura 5.12 – Resultados da calibração dinâmica do GMFM3 .....	81
Figura 5.13 – Esquema de calibração simples de sensores de composição gasosa.....	85
Figura 5.14 – Esquema da calibração dinâmica de sensores de composição gasosa .....	86
Figura 5.15 – Resultados das calibrações do sensor de O <sub>2</sub> .....	88
Figura 5.16 – Resultados das calibrações do sensor de CO <sub>2</sub> .....	91
Figura 6.1 – Evidência da cadeia de rastreabilidade do sistema de medição desenvolvido .....	94
Figura 6.2 – Resultado dos factores de resposta obtidos para o GMFM1 e GMFM2 .....	95
 Figura A. 1 – Ilustração da definição de exactidão com base nos termos de veracidade e precisão .....	 111
 Figura C. 1 – Esquema geral do modelo de diluição dinâmica.....	 123
 Figura D. 1 – Resultados da calibração do sensor de O <sub>2</sub> , zircónio.....	 138
 Figura E. 1 – Menu principal do programa de aquisição automática de dados .....	 139
 Figura H. 1 – Certificado de calibração do multímetro, página 1 .....	 149
Figura H. 2 – Certificado de calibração do multímetro, página 2 .....	150
Figura H. 3 – Certificado de calibração do multímetro, página 3 .....	151

## Índice de Tabelas

Tabela 1.1 – Grandezas e unidades de base SI [adaptado: BIPM, 2006].....	9
Tabela 3.1 – Determinação do factor de expansão, $k$ , com base no número de graus de liberdade efectivos, $\nu_{eff}$ , para diferentes probabilidades de ocorrência de uma distribuição t-Student [adaptado: JCGM 100, 2008; UKAS M3003, 2007] .....	35
Tabela 3.2 – Balanço da incerteza de medição segundo o procedimento do GUM [adaptado: EA-4/02, 1999; Ribeiro, 2007].....	38
Tabela 5.1 – Coeficientes da equação de regressão da f.e.m. em função da temperatura para um termopar de tipo K com junção de referência a 0 °C [Matos, 1995] .....	58
Tabela 5.2 – Coeficientes da equação de regressão da temperatura em função da f.e.m para um termopar de tipo K com junção de referência a 0 °C [Matos, 1995] .....	59
Tabela 5.3 – Resultados da calibração do termopar (20-08-2009) .....	60
Tabela 5.4 – Balanço da incerteza da calibração do termopar no patamar de 324 K.....	61
Tabela 5.5 – Lista de coeficientes do modelo de medida do sensor de pressão PMB100 .....	62
Tabela 5.6 – Resultados da calibração do sensor de pressão PMB100 (24-06-2009) .....	65
Tabela 5.7 – Balanço da incerteza da calibração do sensor de pressão no patamar de +50 hPa .	66
Tabela 5.8 – Resultados da calibração do GMFM1 com N <sub>2</sub> (26-06-2009) .....	73
Tabela 5.9 – Balanço da incerteza de calibração para um ponto da calibração do GMFM1 com azoto (26-06-2009).....	75
Tabela 5.10 – Resultados da calibração do GMFM2 com N <sub>2</sub> (26-06-2009) .....	76
Tabela 5.11 – Balanço da incerteza para um ponto da calibração do GMFM2 com azoto (26-06-2009) .....	78
Tabela 5.12 – Resultados da calibração do GMFM3 com AirS (11-08-2009) .....	79
Tabela 5.13 – Balanço da incerteza de calibração para um ponto da calibração do GMFM3 com AirS (11-08-2009).....	80
Tabela 5.14 – Resultados da calibração dinâmica do GMFM3 (18-09-2009) .....	81
Tabela 5.15 – Exemplo do balanço da incerteza da calibração dinâmica do GMFM3 (18-09-2009) .....	82
Tabela 5.16– Resultados da calibração simples do sensor de O <sub>2</sub> (21-09-2009).....	87
Tabela 5.17– Balanço da incerteza da calibração simples do sensor de O <sub>2</sub> (CRM=20,93 [%v/v]) .	87
Tabela 5.18 – Resultado da calibração dinâmica do sensor de O <sub>2</sub> – electroquímica (18-09-2009)	88
Tabela 5.19 – Exemplo de cálculo da incerteza da calibração dinâmica do sensor de O <sub>2</sub> (18-09-2009) .....	89
Tabela 5.20 – Resultados da calibração simples do sensor de CO <sub>2</sub> (21-09-2009) .....	90
Tabela 5.21 – Balanço da incerteza da calibração simples do sensor de CO <sub>2</sub> (CO <sub>2</sub> =14,93 %v/v) .	90
Tabela 5.22 – Resultado da calibração dinâmica do sensor de CO <sub>2</sub> – NDIR (18-09-2009).....	91

Tabela 5.23 – Exemplo de cálculo da incerteza da calibração dinâmica do sensor de CO <sub>2</sub> (18-09-2009).....	92
Tabela 6.1 – Comparação dos factores de resposta obtidos com valores de literatura.....	96
Tabela 6.2 – Resultados da validação das incertezas de medição.....	98
Tabela B. 1 – Unidades base do SI.....	117
Tabela B. 2 – Unidades derivadas do SI com nomes e símbolos especiais.....	118
Tabela B. 3 – Unidades fora do SI com utilidade corrente.....	119
Tabela B. 4 – Prefixos do SI.....	120
Tabela D. 1 – Resultados da avaliação do circuito de medida do termopar (junção de referência).....	127
Tabela D. 2 – Resultados da avaliação do circuito de medida do termopar (junção de medição).....	127
Tabela D. 3 – Resultados da calibração descendente do sensor de pressão PMB100.....	128
Tabela D. 4 – Resultados da calibração do sensor GMFM1 com N <sub>2</sub> (26-06-2009).....	129
Tabela D. 5 – Resultados da calibração do sensor GMFM1 com N <sub>2</sub> (10-08-2009).....	129
Tabela D. 6 – Resultados da calibração do sensor GMFM1 com N <sub>2</sub> (11-08-2009).....	130
Tabela D. 7 – Resultados da calibração do sensor GMFM1 com O <sub>2</sub> (11-08-2009).....	130
Tabela D. 8 – Resultados da calibração do sensor GMFM1 com CO <sub>2</sub> (11-08-2009).....	131
Tabela D. 9 – Resultados da calibração do sensor GMFM2 com N <sub>2</sub> (26-06-2009).....	131
Tabela D. 10 – Resultados da calibração do sensor GMFM2 com N <sub>2</sub> (11-08-2009).....	132
Tabela D. 11 – Resultados da calibração do sensor GMFM2 com O <sub>2</sub> (11-08-2009).....	132
Tabela D. 12 – Resultados da calibração do sensor GMFM2 com Argon (11-08-2009).....	133
Tabela D. 13 – Resultados da calibração do sensor GMFM2 com CO <sub>2</sub> (11-08-2009).....	133
Tabela D. 14 – Resultados da calibração do sensor GMFM2 com AirS (11-08-2009).....	134
Tabela D. 15 – Resultados da calibração do sensor GMFM3 com AirS (26-06-2009).....	134
Tabela D. 16 – Resultados da calibração do sensor GMFM3 com AirS (10-08-2009).....	135
Tabela D. 17 – Resultados da calibração do sensor GMFM3 com AirS (11-08-2009).....	135
Tabela D. 18 – Resultados da calibração simples do sensor de O <sub>2</sub> , electroquímica (21-09-2009).....	135
Tabela D. 19 – Resultados da calibração dinâmica do sensor de O <sub>2</sub> , electroquímica (18-09-2009).....	136
Tabela D. 20 – Resultados da calibração simples do sensor de CO <sub>2</sub> , NDIR (21-09-2009).....	136
Tabela D. 21 – Resultados da calibração dinâmica do sensor de CO <sub>2</sub> , NDIR (17-09-2009).....	136
Tabela D. 22 – Resultados da calibração dinâmica do sensor de CO <sub>2</sub> , NDIR (18-09-2009).....	137
Tabela D. 23 – Resultados da calibração simples do sensor de O <sub>2</sub> , zircónio (21-09-2009).....	137
Tabela D. 24 – Resultados da calibração dinâmica do sensor de O <sub>2</sub> , zircónio (18-09-2009).....	137
Tabela E. 1 – Designação dos sensores constituintes do sistema de medição.....	140

Tabela E. 2 – Lista de gases e vapor disponíveis no modelo NUNCAL.....	141
Tabela E. 3 – Controlo remoto dos sistemas de medição .....	142
Tabela E. 4 – Posição dos vários sensores dos sistemas de medição .....	142
Tabela F. 1 – Dados da certificação da mistura de CO <sub>2</sub> .....	145
Tabela F. 2 – Resultado da certificação da mistura de CO <sub>2</sub> .....	146
Tabela F. 3 – Balanço da incerteza na certificação da mistura de CO <sub>2</sub> .....	146
Tabela G. 1 – Dados da calibração do cronómetro .....	148
Tabela G. 2 – Resultado da calibração do cronómetro .....	148
Tabela G. 3 – Balanço da incerteza na calibração do cronómetro .....	148

## Lista de Siglas

AirS	Ar seco comprimido da rede (20,95% O <sub>2</sub> , 78,081% N <sub>2</sub> , 0,93% Ar e 0,039% CO <sub>2</sub> )
APA	Agência Portuguesa do Ambiente
Ar	Argon
BIML	Bureau International de Métrologie Légale
BIPM	Bureau International des Poids et Mesures
CA	Critério de Aceitação
CEN	European Committee for Standardization
CGPM	Conférence Générale des Poids et Méasures
CIPM	Comité International des Poids et Mesures
CJC	Cold Junction Compensation (Circuito de Junção Fria)
CO <sub>2</sub>	Dióxido de carbono
CRM	Material de Referência Certificado
DAO	Departamento de Ambiente e Ordenamento
DKD	Deutscher Kalibrierdienst (Associação de laboratórios de calibração acreditados na Alemanha)
EA	European Accreditation
EA-04/02	Guia “Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration”
ECI	Ensaio de Comparação Interlaboratorial
EMA	Erro Máximo Admissível
EN	Norma Europeia (European Norm)
ENAC	Entidad Nacional de Acreditación (Espanha)
EUROLAB	European Federation of National Associations of Measurement, Testing and Analytical Laboratories
EUROMET	European Association of National Metrology Institutes
EV	Electro-válvula
f.e.m	Força electromotriz
GMFM	Medidor de caudal mássico de gás (Gas Mass Flow Meter)
GUM	Guide for the Expression of the Uncertainty in Measurement
HR	Humidade relativa
IDAD	Instituto de Ambiente e Desenvolvimento
ILAC	International Laboratory Accreditation Cooperation
IMEKO	International Measurement Confederation
IPAC	Instituto Português de Acreditação
IPQ	Instituto Português da Qualidade
ISO	International Organization of Standardization
JCGM	Joint Committee for Guides in Metrology
LNEC	Laboratório Nacional de Engenharia Civil



LPI	Lei de Propagação de Incertezas
MFC	Controlador de caudal mássico de gás (gás mass flow controller)
MMC	Método de Monte Carlo
N <sub>2</sub>	Azoto
NATA	National Association of Testing Authorities - Australia's national laboratory accreditation authority (Austrália)
NDIR	Infra-Vermelhos Não Dispersivos
NH <sub>3</sub>	Amoníaco
NIST	National Institute of Standards and Technology (Estados Unidos da América)
NP	Norma Portuguesa
NPA	Números Pseudo-Aleatórios
NPL	National Physical Laboratory (Reino Unido)
NUNCAL	Software associado aos sistemas de medição desenvolvidos
OEM	Original Equipment Manufacturers
OIML	Organization International de Métrologie Légale
O <sub>2</sub>	Oxigénio
Pt100	Termo – Resistência de Platina com resposta de 100 $\Omega$ para 0 °C
RELACRE	Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal
RU	Resíduos Urbanos
RUB	Resíduos Urbanos Biodegradáveis
SI	Sistema Internacional de Unidades
SONDAR	Amostragens e Tecnologias do Ar, Lda
SWEDAC	Swedish Board for Accreditation and Conformity Assessment - National accreditation body in Sweden (Suécia)
UA	Universidade de Aveiro
UE	União Europeia
UKAS	United Kingdom Accreditation Service
VA	Válvula de agulha
VIM	Vocabulário Internacional de Metrologia
VR	Válvula de regulação de caudal
WELMEC	European Cooperation in Legal Metrologie

## Nomenclatura

Símbolo	Descrição	Unidades
$a$	Valor extremo de uma função distribuição de probabilidade	[-]
$a_+$	Limite superior de uma função distribuição de probabilidade	[-]
$a_-$	Limite inferior de uma função distribuição de probabilidade	[-]
$a_0$	Termo independente de um modelo de regressão linear	[variável]
$a_1$	Termo de primeiro grau de um modelo de regressão	[variável]
$a_2$	Termo de segundo grau de um modelo de regressão	[variável]
$a_i$	Coefficientes de modelo de regressão de $i$ -ésima ordem	[variável]
$c_i$	Coefficiente de sensibilidade (Lei de Propagação de Incertezas)	[-]
$C_{CO_2}$	Concentração de dióxido de carbono numa mistura gasosa	[%v/v]
$C_{O_2}$	Concentração de oxigénio numa mistura gasosa	[%v/v]
$C_i$	Concentração de um gás $i$	[%v/v]
$E_n$	Erro normalizado	[-]
$F$	Grau de fiabilidade inerente à incerteza de medição	[-]
$f_{i,N_2}$	Factor de resposta de um sensor de caudal mássico relativo a um gás $i$ em relação ao azoto	[g $i$ ·g <sup>-1</sup> N <sub>2</sub> ]
$G_m$	Caudal mássico de gás ou mistura gasosa	[g·min <sup>-1</sup> ]
$G_{m1}$	Caudal mássico da mistura gasosa 1	[g·min <sup>-1</sup> ]
$G_{m2}$	Caudal mássico da mistura gasosa 2	[g·min <sup>-1</sup> ]
$G_{mij}$	Caudal mássico do componente $i$ através do sensor de caudal mássico $j$	[g·min <sup>-1</sup> ]
$G_{mj}$	Caudal mássico através do sensor de caudal mássico $j$	[g·min <sup>-1</sup> ]
$G_{mM}$	Caudal mássico de uma mistura gasosa	[g·min <sup>-1</sup> ]
$G_{mN_2}$	Caudal mássico de azoto	[g·min <sup>-1</sup> ]
$G_{m,Ref}$	Caudal mássico de gás referência	[g·min <sup>-1</sup> ]
$G_V$	Caudal volumétrico de gás ou de uma mistura gasosa	[l·min <sup>-1</sup> ]
$G_{Vj}$	Caudal volumétrico de gás da mistura $j$	[l·min <sup>-1</sup> ]
$G_{V,Ref}$	Caudal volumétrico de gás de referência	[l·min <sup>-1</sup> ]
$i$	Símbolo da grandeza de base intensidade de corrente eléctrica [Ampere]	

$k$	Factor de expansão	[-]
$l$	Símbolo da grandeza de base comprimento	[m]
$l_v$	Símbolo da grandeza de base intensidade luminosa	[candela]
$m$	Símbolo da grandeza de base massa	[kg]
$M_G$	Massa molar de uma mistura gasosa	[kg·kmol <sup>-1</sup> ]
$M_i$	Massa molar do componente gasoso i	[kg·kmol <sup>-1</sup> ]
$N$	Número de gases de uma mistura	[-]
$n$	Número de pontos de medição ou calibração	[-]
$n$	Símbolo da grandeza de base quantidade de matéria	[mole]
$p$	Probabilidade de ocorrência	[-]
$P$	Pressão absoluta, pressão atmosférica ou pressão barométrica	[hPa, Pa]
$P_n$	Pressão normalizada do sensor de pressão barométrica	[Pa]
$R^*$	Constante dos gases perfeitos (= 8,314 J·mol <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	[J·mol <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> ]
$R^2$	Coeficiente de correlação de um modelo de regressão	[-]
$Q$	Variável aleatória associada a uma quantidade	[-]
$q$	Quantidade, grandeza mensurável	[-]
$s(q)$	Desvio padrão experimental da amostra	[-]
$s(\bar{q})$	Desvio padrão experimental da média	[-]
$s^2(x_i)$	Estimativa da variância de uma grandeza de entrada	[-]
$t$	Tempo, símbolo da grandeza de base tempo	[min ou s]
$T$	Temperatura termodinâmica	[K]
$T_{Med}$	Temperatura de medição do termopar	[K, °C]
$T_m$	Temperatura utilizada no algoritmo de cálculo da pressão barométrica (Temperatura do CJC)	[K, °C]
$T_n$	Temperatura normalizada do sensor de pressão barométrica	[K]
$T_{Ref}$	Temperatura de referência calculada tendo em conta as especificações do CJC e placa de multiplexagem	[K]
$T_P$	Temperatura do termómetro padrão	[K, °C]
$u(x_i)$	Incerteza padrão da estimativa da grandeza de entrada	[-]
$U$	Incerteza Expandida de medição	[-]
$U_D$	Incerteza de medição na calibração dinâmica	[-]
$U_S$	Incerteza de medição na calibração simples	[-]
$V$	Resposta de um sensor (força electromotriz)	[volt]
$V_{CJC}$	Força electromotriz medida no CJC	[volt]

$V_{CMed}$	Força electromotriz do circuito de medição	[volt]
$V_{Med}$	Força electromotriz do circuito de medição do termopar tendo em conta o ganho da placa de multiplexagem	[mV]
$V_n$	Força electromotriz normalizada do sensor de pressão barométrica,	[volt]
$Vol$	Volume	[litros, m <sup>3</sup> ]
$V_{Out}$	Força electromotriz do sensor de pressão barométrica	[volt]
$V_{Ref,P}$	Força electromotriz de referência sensor de pressão barométrica (=2,5 Volts)	[mV]
$V_{Ref}$	Força electromotriz gerada pelo CJC à temperatura de referência	[mV]
$V_t$	Força electromotriz calculada do CJC	[mV]
$V_T$	Força electromotriz do termopar com junção de referência a 0 °C	[volt]
$x_D$	Resultado de medição obtido através da calibração dinâmica	[variável]
$x_S$	Resultado de medição obtido através da calibração simples	[variável]
$x_i$	Observação ou estimativa de uma variável aleatória ou grandeza de entrada	[variável]
$X_i$	Variável aleatória ou grandeza de entrada	[-]
$y$	Estimativa de uma variável aleatória representando uma grandeza de saída	[-]
$Y$	Variável aleatória representando uma grandeza de saída	[-]
$y_i$	Fracção molar do componente i (referido a uma mistura)	[mol·mol <sup>-1</sup> ]
$y_{ij}$	Fracção molar do componente i na mistura j	[mol·mol <sup>-1</sup> ]
$y_{i1}$	Fracção molar do gás i na mistura 1	[mol i·mol <sup>-1</sup> ]
$y_{i2}$	Fracção molar do gás i na mistura 2	[mol i·mol <sup>-1</sup> ]
$Z'$	Z-score	[-]
$\mu$	Média de uma população ou amostragem	[-]
$\nu$	Número de graus de liberdade	[-]
$\nu_i$	Número de graus de liberdade associados a uma grandeza	[-]
$\nu_{eff}$	Número de graus de liberdade efectivos (associados à grandeza de saída, y )	[-]
$\rho$	Massa volúmica	[kg·m <sup>-3</sup> ]
$\alpha$	Valor de probabilidade (MMC)	[-]

$\sigma$  Desvio padrão calculado na metodologia do Z-score [-]

### **Subscriptos**

$G$  Referente a uma mistura de  $N$  componentes gasosos

$i$  Referente ao  $i$ ésimo componente de uma mistura gasosa, referente a uma grandeza de entrada ou à sua estimativa

$j$  Referente ao sensor de caudal mássico  $j$  ou à mistura  $j$

$M$  Referente a uma mistura de gases

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 ENQUADRAMENTO

*“A Metrologia é a ciência das medições, que abrange todos os aspectos teóricos e práticos que asseguram a exactidão exigida num processo, procurando garantir a qualidade de produtos e serviços através da calibração dos instrumentos de medição, sejam eles analógicos ou digitais, e da realização de ensaios, sendo a base fundamental para a comparação e competitividade das empresas e da sociedade em geral. Metrologia refere-se também ao conhecimento dos pesos e medidas e dos sistemas de unidades de todos os povos” [VIM, 2008; JCGM 200, 2008].*

A metrologia é considerada a “ciência das medições” como consequência do seu desenvolvimento e actualização ao longo da história, a qual reflectiu sempre em cada época o estado do conhecimento e é hoje também o reflexo da capacidade tecnológica associada ao conhecimento científico multidisciplinar das mais importantes instituições nacionais e internacionais.

A metrologia é uma componente essencial da investigação científica, sendo que esta é a base do desenvolvimento da própria metrologia [Howarth e Redgrave, 2008], a qual, permite actualmente mais e melhores ferramentas metrológicas, que por sua vez permitem à ciência a continuação do seu desenvolvimento progressivo.

Actualmente a metrologia faz parte do quotidiano de sociedades ditas desenvolvidas, por um lado devido às novas exigências das sociedades como consumidores ou por outro como uma necessidade de harmonizar todo o tipo de bens e serviços onde quer que os mesmos sejam produzidos, prestados ou consumidos.

A metrologia abrange três tarefas principais [Howarth e Redgrave, 2008]:

- i. a definição das unidades de medida internacionalmente aceites;
- ii. a realização das unidades de medida, por métodos científicos;
- iii. o estabelecimento de cadeias de rastreabilidade, documentando a ligação entre um produto ou resultado final e os padrões internacionais.

Existem actualmente várias entidades com intervenção internacional na área da metrologia como, International Organization of Standardization (ISO), Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), European Committee for Standardization

(CEN), European Federation of National Associations of Measurement, Testing and Analytical Laboratories (EUROLAB), International Measurement Confederation (IMEKO), Institutos Nacionais de Metrologia, entre outras, que através de publicações periódicas vão dando conhecimento do “estado da arte”, requisitos de qualidade, assim como linhas de interpretação dos resultados, seu tratamento, apresentação e divulgação.

Por outro lado os diferentes países têm os seus institutos nacionais de metrologia. No caso de Portugal o Instituto Português da Qualidade (IPQ) é o instituto público responsável pela manutenção e garantia de grande parte dos padrões ao mais alto nível de qualidade no âmbito nacional, o Instituto Português de Acreditação (IPAC) é a entidade pública nacional responsável pela acreditação dos laboratórios de metrologia e ensaios, a Associação de Laboratórios Acreditados de Portugal (RELACRE) dá apoio aos laboratórios acreditados assim como promove os Ensaios de Comparação Interlaboratorial (ECI).

Algumas das publicações destas entidades, assim como as suas actualizações tem vindo a servir de guia nos demais laboratórios de metrologia e outros, como sejam, o Guide for the Expression of the Uncertainty in Measurement (GUM) [GUM, 1995], o Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM) [JCGM 200, 2008], o guia Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration (EA-04/02) [EA-4/02, 1999] entre outros.

Uma vez que a metrologia tem um carácter transversal e universal surgiu a necessidade de harmonizar a nomenclatura, termos e definições, à semelhança do que acontece com o sistema de unidades. O VIM cuja última versão foi publicada em 2008, refere e actualiza os principais termos e definições a utilizar no âmbito da metrologia.

O GUM é um guia largamente difundido pelos laboratórios de metrologia que apresenta metodologias para cálculo, avaliação e expressão das incertezas de medição e calibração.

Com estas publicações pretende-se por exemplo que um certificado de calibração emitido em Portugal possa ser interpretado e reconhecido na Holanda ou noutro país, pois tem como base documentos normativos comuns, assim como usam o mesmo Sistema Internacional de Unidades.

Percebe-se assim a importância da metrologia no desenvolvimento e concepção de equipamentos e sistemas de medição, uma vez que permite, na sua concepção, avaliar as características técnicas, o seu desempenho assim como as características

metrológicas das medidas realizadas com recurso a “*calibrações*”, garantindo portanto a “*rastreabilidade das medições*” e a avaliação das “*incertezas de medição*”.

## **1.2 OBJECTIVOS E ORGANIZAÇÃO DO TRABALHO**

Este trabalho contempla cinco objectivos principais.

O primeiro objectivo consiste na pesquisa e enquadramento dos documentos mais importantes relacionados com metrologia, nomeadamente, a utilização do Sistema Internacional de Unidades, a utilização de uma nomenclatura e termos universais em metrologia (capítulo 1 e 2), a análise e desenvolvimento de procedimentos de cálculo e avaliação de incertezas, com preferência por metodologias correntes e internacionalmente aceites em metrologia (capítulo 3), desenvolvimento e aplicação de procedimentos de calibração de equipamentos e sensores de medida, tendo em conta os respectivos princípios de medição, e a pesquisa de metodologias de validação de métodos de calibração no desenvolvimento de sistemas de medição.

O segundo objectivo consiste na familiarização com os sistemas de medição existentes no laboratório, a participação na adaptação, concepção e desenvolvimento de um novo sistema de medição, a avaliação preliminar e testes de desempenho aos vários componentes e sensores incorporados no sistema de medição desenvolvido, a pesquisa e aplicação de técnicas de calibração aos vários sensores, na medida do possível com recurso a equipamentos padrão e materiais de referência (capítulo 4 e 5).

O terceiro objectivo passa pela aplicação de uma metodologia de cálculo de incertezas aos resultados das calibrações e testes levados a cabo no segundo objectivo (capítulo 5).

O quarto objectivo passa por estabelecer, sempre que possível uma cadeia de rastreabilidade para cada sensor ou unidade de medida que compõem o sistema de medição desenvolvido, assim como, efectuar testes de desempenho aos sensores de medição com o objectivo de avaliar e determinar a “melhor capacidade de medição” (capítulo 5 e 6).

O quinto objectivo passa por avaliar e validar os modelos propostos para a calibração dinâmica de sensores de caudal mássico de gás e sensores de composição com recurso a diferentes metodologias de calibração (capítulo 5 e 6).



### 1.3 METROLOGIA, PERSPECTIVA GERAL

Que horas são?

Esta é uma pergunta simples, mas a sua resposta não é assim tão fácil.

Muitas pessoas estão habituadas a calibrar e ajustar os seus relógios sempre que acham necessário. Padrões de trabalho (isto é, relógios) estão disponíveis e visíveis em todo lado e fazer uma comparação é fácil e é um acto quase inconsciente. Caso a hora tenha uma diferença significativa, nós ajustamos de acordo com a referência que confiamos. O tempo oficial está frequentemente disponível através da rádio, televisão ou internet [Kivilaakso *et. al.*, 2006].

A calibração e ajuste do relógio, de acordo com o tempo dado por uma referência oficial, garante-nos a rastreabilidade do tempo, permitindo-nos saber “a quantas andamos”. Assim, podemos afirmar que fazer metrologia não é tão difícil como parece, uma vez que, estamos constantemente a usá-la no nosso quotidiano. E é importante não é?

#### 1.3.1 EVOLUÇÃO HISTÓRICA

“... e o verbo fez-se Homem” [Bíblia, Antigo Testamento] e o Homem inventou a Metrologia [URL12]...

A metrologia é tão velha como o Homem. Como ciência da medição, a metrologia é provavelmente a ciência mais antiga do mundo, já como profissão há quem diga que é a segunda profissão mais antiga do mundo a qual surgiu com a necessidade de “medir” e “contar” a actividade de quem exercia a primeira profissão mais antiga [URL12].

Avançando mais na história no ano 3 000 a.C., no antigo Egipto, os arquitectos reais responsáveis pela construção dos templos e pirâmides dos Faraós possuíam padrões de medida (que teriam de calibrar a cada lua cheia, sob pena de serem responsabilizados com a própria vida) de tal forma precisos que permitiram a viabilização das suas construções, que ainda impressionam actualmente [Howarth e Redgrave, 2008].

Mais tarde, no Século XVIII surgiu a ideia de um sistema métrico baseado no metro e no quilograma, em 1799 foram construídos dois artefactos de platina para o metro e quilograma, guardados nos Arquivos de Paris (França).

Em 1960 foi estabelecido e adoptado o Sistema Internacional de Unidades (SI) na 11<sup>a</sup> Conferência Geral de Pesos e Medidas (CGPM). Actualmente o SI possui sete unidades de base apresentadas mais adiante [Howarth e Redgrave, 2008].

Existem várias instituições nacionais e internacionais responsáveis por assegurar, aos vários níveis de actividade, legal, industrial e científica a cadeia de rastreabilidade aos mais altos padrões de qualidade. Existe também grande actividade no que respeita à investigação científica de forma a encontrar e desenvolver novas formas de definição das unidades base e realização de padrões primários [Becker *et. al.*, 2007; Milton *et. al.*, 2007] como forma de responder às modernas áreas de investigação como a aeroespacial, a nanotecnologia, entre outras.

### 1.3.2 ENQUADRAMENTO DA METROLOGIA ACTUAL

Na vida quotidiana estamos acostumados à dúvida que existe quando estimamos dimensões, pesos ou outras características de qualquer tipo. Por exemplo se alguém perguntar, “Qual é a temperatura desta sala?” Alguém irá responder “mais ou menos 20 graus!”. A dúvida implícita no termo “mais ou menos” indica que na resposta existe a consciência que a temperatura poderá não ser exactamente 20 graus, mas sim próxima. Ou seja, existe uma “dúvida” no valor da temperatura estimada.

Uma outra possibilidade será usar um instrumento de medição adequado para medir a temperatura da sala, mesmo assim persistirá sempre uma dúvida ou incerteza associada ao resultado, uma vez que outras dúvidas emergem. O termómetro é exacto? As leituras observadas variam? Tenho o termómetro na mão, será que estou a influenciar o seu resultado? Existem variáveis que afectam a resposta do termómetro que não consigo quantificar, por exemplo a humidade relativa? São observados resultados diferentes consoante a posição de medição dentro da sala? Todos estes factores, entre outros poderão contribuir para a incerteza de medição da temperatura da sala [UKAS M003, 2007].

Dependendo da exactidão necessária ou imposta pela pergunta inicial (Qual é a temperatura desta sala?), podemos definir vários requisitos para as respostas das várias perguntas feitas acima. Por exemplo, se estamos numa sala onde são desenvolvidos sistemas eléctricos ou electrónicos, se estamos numa sala onde são desenvolvidos materiais e medicamentos farmacêuticos, se estamos numa sala onde são pesadas a peso constante amostras de partículas emitidas por uma chaminé de uma unidade fabril,

ou ainda se estamos numa sala onde queremos monitorizar a temperatura no processo de compostagem da fracção biodegradável de resíduos urbanos (RU).

Em geral, o objectivo da metrologia é disponibilizar à ciência e à engenharia uma base de medições que seja estável e coerente a longo termo e largamente comparável, que suporte a inovação e o mercado, de forma a assegurar a qualidade de qualquer processo, de qualquer equipamento ou produto e mesmo a qualidade de vida em geral [Milton *et. al.*, 2007].

Outras aplicações da metrologia quotidiana que frequentemente nos “atrapalham” são os testes de alcoolemia realizados pelas autoridades aos condutores de automóveis ou quando são utilizados radares para controlo de velocidade, onde, é dada uma tolerância (associada à incerteza dos equipamentos utilizados) aos consumidores (infractores, neste caso) relativamente ao resultado das medições efectuadas.

### 1.3.3 CATEGORIAS E DOMÍNIOS DA METROLOGIA

Geralmente a metrologia está dividida em três categorias com características, finalidades e níveis de complexidade próprias mas complementares. Estas categorias são, metrologia legal, metrologia industrial e metrologia científica [Howarth e Redgrave, 2008; Kivilaakso *et. al.*, 2006].

Metrologia Legal – tem o propósito de assegurar um correcto resultado de medições numa perspectiva de mercado para protecção dos consumidores. Está também relacionada com o controlo metrológico dos instrumentos de medição usados para regulamentação, quando estes têm influência em domínios como as transacções comerciais, legislação, saúde, segurança, defesa do consumidor, protecção do ambiente, entre outros.

Metrologia Industrial – refere-se às actividades de controlo de processos e produtos, mediante a integração em cadeias de rastreabilidade (hierarquizadas) de padrões existentes nas empresas, em laboratórios de calibração e outros organismos nacionais e internacionais de metrologia.

Metrologia Científica – tem como objectivo a organização e o desenvolvimento de padrões primários ou padrões de medição, assim como a sua conservação e manutenção ao mais elevado nível de qualidade, exactidão e incerteza. Esta categoria é independente de outras entidades em termos de rastreabilidade. A garantia dos resultados conseguidos

assenta fortemente em exercícios de comparação interlaboratorial com outros laboratórios primários.

A metrologia fundamental refere-se ao nível mais elevado de exactidão dentro de um certo domínio contemplando as três categorias acima descritas.

Segundo a Associação de Laboratórios de Metrologia da Europa (EUROMET), a metrologia fundamental está dividida em onze domínios de actividade: massa, electricidade, comprimento, tempo e frequência, termometria, radiações ionizantes e radioactividade, fotometria e radiometria, caudal, acústica, quantidade de matéria e metrologia interdisciplinar [Howarth e Redgrave, 2008].

#### 1.3.4 VOCABULÁRIO INTERNACIONAL DE METROLOGIA

Em todos os domínios da técnica e da ciência, a terminologia deve ser cuidadosamente escolhida, como forma de uniformização dos termos utilizados, isto toma uma importância acrescida na metrologia. As principais organizações internacionais que se ocupam da metrologia (BIPM, IEC, ISO e OIML) concertaram esforços para elaboração de uma terminologia comum. Como resultado, foi publicada a primeira versão do vocabulário internacional de metrologia (VIM), em 1984, na mesma altura em que ocorreu uma reorientação da abordagem do problema metrológico, de uma concepção clássica – determinística – para uma concepção moderna – probabilística [Ribeiro, 2007].

Desde a primeira versão, o VIM tem recebido inúmeras sugestões e sofrido também, várias alterações e actualizações como resultado de uma grande cooperação entre as entidades e pessoas envolvidas, que promovem reformulações de alguns conceitos, assim como a introdução de novos conceitos relacionados, como é o caso do termo “incerteza de medição” – “parâmetro que caracteriza a dispersão de valores da grandeza que se podem atribuir à mensuranda, com base na informação utilizada” apresentado na segunda edição do VIM em 1994.

Em 2008 foi disponibilizada gratuitamente a 3ª versão do VIM, que contempla alterações de definições em relação à versão anterior, apresenta novos conceitos e nova organização documental. Esta nova versão prevê ainda uma maior abrangência além das áreas científicas e engenharia como a física, a química ou a medicina [JCGM 200, 2008; VIM, 2008].

### 1.3.5 SISTEMA INTERNACIONAL DE UNIDADES

O Sistema Internacional de Unidades “SI”, foi estabelecido em 1960 pela 11ª Conferência Geral de Pesos e Medidas (CGPM), é um sistema internacionalmente recomendado, o qual resulta da necessidade de entendimento e uniformização entre os intervenientes envolvidos na sua utilização.

O sistema SI é composto por sete quantidades de base, comprimento, massa, tempo, intensidade de corrente eléctrica, temperatura termodinâmica, quantidade de substância e intensidade luminosa, apresentadas na Tabela 1.1. Estas unidades de base, por convenção, são assumidas como mutuamente independentes [BIPM, 2006; Milton *et. al.*, 2007]

Este sistema tem por base que, a dimensão de qualquer quantidade  $Q$  é expressa na forma da dimensão de um produto,

$$\dim Q = L^{\alpha} M^{\beta} T^{\gamma} I^{\delta} \Theta^{\varepsilon} N^{\zeta} J^{\eta} \quad (\text{Eq. 2.1})$$

onde os expoentes  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$ ,  $\varepsilon$ ,  $\zeta$  e  $\eta$  são em geral números inteiros com valor positivo negativo ou zero chamados expoentes dimensionais [BIPM, 2006].

Na realidade as sete unidades de base: quilograma, metro, segundo, ampere, Kelvin, mole e candela, não são independentes, uma vez que algumas das suas definições dependem de outras unidades, como é o caso do metro que depende do segundo, da mole que depende do quilograma e do ampere, do candela que depende do quilograma do metro e do segundo. O quilograma, o Kelvin e o segundo são independentes das outras unidades [Milton *et. al.*, 2007].

Uma limitação do actual sistema de unidades é o famoso “problema do quilograma” uma vez que o quilograma é a única unidade de base que é definida de acordo com um artefacto. Este problema torna-se relevante de acordo com estudos, que apresentam evidências da degradação e alteração das características deste padrão primário. Outros problemas resultam da necessidade generalizada em encontrar os valores para as constantes fundamentais com uma incerteza mais reduzida e evitar a interdependência da definição de certas unidades de base [Becker *et. al.*, 2007; Milton *et. al.*, 2007].

A definição e a realização das unidades SI de base actualizam-se e modificam-se à medida que a investigação descobre formas de conseguir uma definição e uma realização mais exacta de cada unidade, baseada em constantes físicas [CODATA,

2005]. Recentemente foram propostas revisões a quatro unidades de base: mole, Kelvin, quilograma e ampere, de forma a responder a algumas limitações do sistema SI.

Tabela 1.1 – Grandezas e unidades de base SI [adaptado: BIPM, 2006]

Grandeza de base		Unidade de base		Definição
Nome	Símbolo	Nome	Símbolo	
Comprimento	$l, x$	metro	m	Comprimento do trajecto da luz no vazio durante 1/299 792 458 segundos (onde a velocidade da luz no vácuo $c=299792485 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ ), (17ª CGPM, 1983, Resolução nº 1)
Massa	$m$	quilograma	kg	Massa do protótipo internacional do quilograma existente em Paris (3ª CGPM, 1901)
Tempo	$t$	segundo	s	Duração de 9 192 631 770 períodos da radiação que corresponde à transição entre os dois níveis hiperfinos do átomo de cézio 133 (13ª CGPM, 1967, Resolução nº 1)
Intensidade de corrente eléctrica	$I, i$	ampere	A	Corrente constante mantida em 2 condutores paralelos rectilíneos infinitos, de secção insignificante, colocados a um metro de distância no vazio, produziria entre estes uma força igual de $2\cdot 10^{-7}$ newton por metro de comprimento (9ª CGPM, 1948, Resolução nº 2)
Temperatura termodinâmica	$T$	kelvin	K	Fracção de 1/273,15 da temperatura termodinâmica do ponto triplo da água (13ª CGPM, 1967, Resolução nº 4)
Quantidade de matéria	$n$	mole	mol	Quantidade de matéria de um sistema que contem tantas entidades elementares quantos átomos existentes em 0,012 quilogramas de carbono 12 (14ª CGPM, 1971, Resolução nº 3)
Intensidade luminosa	$I_v$	candela <sup>1</sup>	cd	Intensidade luminosa, numa dada direcção, de uma fonte que emite uma radiação monocromática de frequência $540\cdot 10^{12}$ hertz e cuja intensidade energética nessa direcção é 1/683 watt por esterradiano (16ª CGPM, 1969, Resolução nº 3)

Um dos exemplos mais evidentes das actualizações ocorreu com a unidade metro. A sua definição em 1889 foi baseada no protótipo internacional de platina-iridiada existente em Paris. Em 1960, o metro foi redefinido como 1 650 763,73 comprimentos de onda de

<sup>1</sup> Em latim *candela* significa “vela”

uma linha espectral específica de radiação de krypton-86. Em 1983, foi decidido redefinir o metro como o comprimento do trajecto percorrido pela luz no vazio durante um intervalo de tempo de  $1/299\,792\,458$  segundo, realizado pelo comprimento de onda da radiação de um laser hélio-neon estabilizado por iodo. Estes avanços da ciência permitiram que a incerteza do padrão primário do metro fosse reduzida de  $10^{-7}$  m para  $10^{-11}$  m [BIPM, 2006; Howarth e Redgrave, 2008].

No Anexo B, são apresentadas as 22 unidades derivadas coerentes do sistema SI, os prefixos usados como forma de múltiplos e submúltiplos decimais das unidades SI, ainda um grupo de unidades não SI, aceites devido à sua aplicabilidade prática e também um conjunto de regras e estilos convencionais para a apresentação das unidades SI.

### 1.3.6 ORGANISMOS INTERNACIONAIS DE METROLOGIA

Em 1875 decorreu em Paris uma conferência diplomática sobre o metro, onde dezassete governos, Portugal incluído, assinaram um tratado denominado “A Convenção do Metro”. Foi aí também decidido criar um instituto científico permanente o Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), instituto que é responsável pela investigação internacional em unidades físicas e em padrões, faz recomendações sobre as novas determinações da metrologia fundamental, administrando ainda as comparações interlaboratoriais entre os laboratórios nacionais de metrologia [Howarth e Redgrave, 2008; URL 3]

Actualmente são cinquenta e dois estados-membros da Convenção do Metro, os quais se reúnem de quatro em quatro anos para a Conferência Geral de Pesos e Medidas (CGPM) a fim de discutir e examinar o trabalho desenvolvido pelos institutos nacionais de metrologia e pelo BIPM, onde são feitas recomendações sobre os novos fundamentos metrológicos e aprovados os assuntos de relevância internacional relacionados com o BIPM.

O Comité Internacional de Pesos e Medidas (CIPM) é composto por 18 elementos eleitos pelo CGPM, este, desempenha funções de supervisão do BIPM e cooperação com outras organizações internacionais de metrologia como o CEN, ISO, OIML, entre outros. O CIPM é suportado por dez comités consultivos que se encarregam de cada um dos diferentes domínios da metrologia fundamental apresentados anteriormente [Howarth e Redgrave, 2008]. Existem ainda, associações de metrologia com bastante relevância como é o caso do EUROMET e Eurolab que são associações de laboratórios de análise, medição e metrologia, que desenvolvem um trabalho muito interessante no campo da

metrologia. O IMEKO que promove o intercâmbio internacional de informação técnica e científica no âmbito da medição e da instrumentação. Na Figura 1.1 é apresentada a estrutura da convenção do metro.

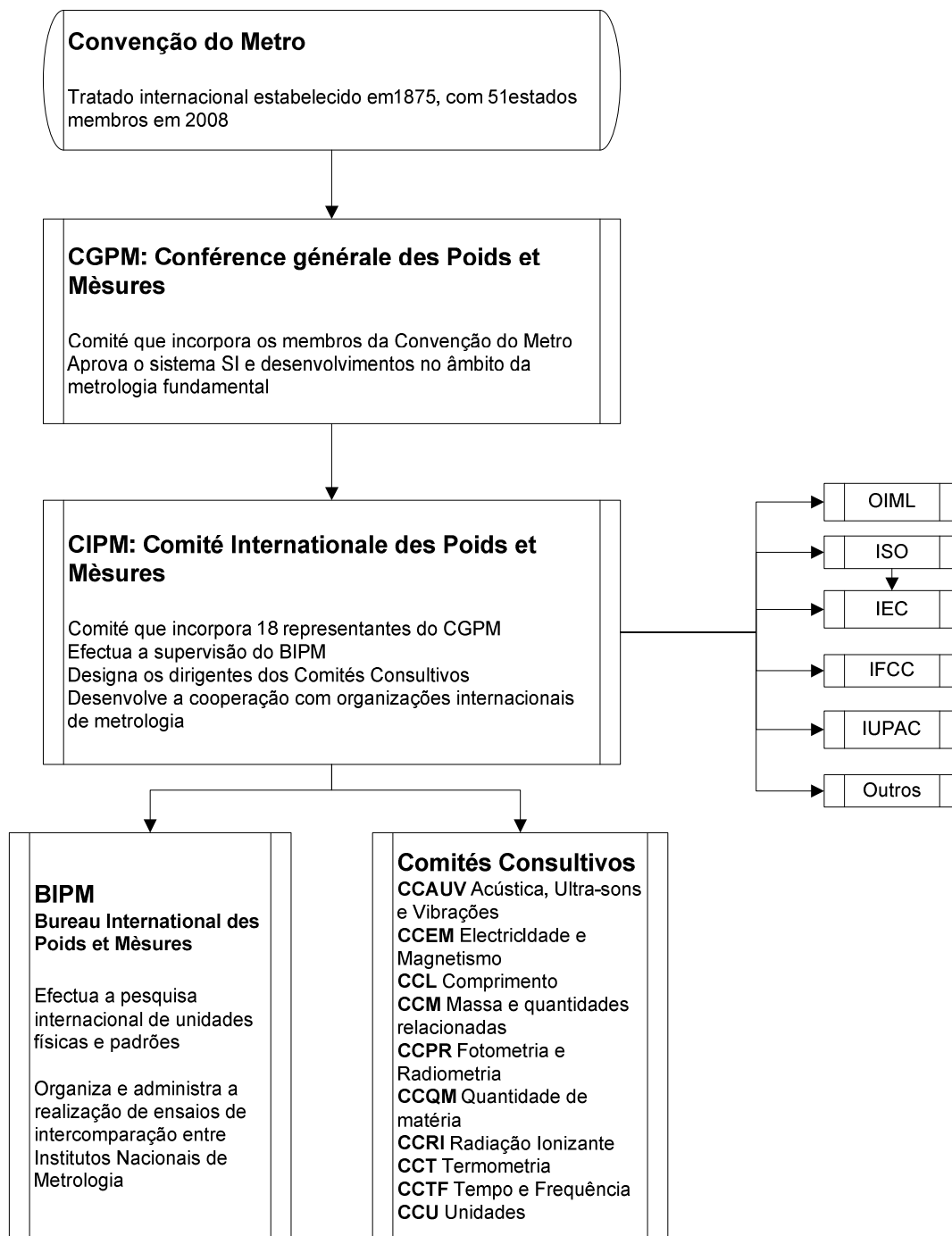


Figura 1.1 – A Convenção do Metro [adaptado: Howarth e Redgrave, 2008; Ribeiro, 2007]



## 2 METROLOGIA APLICADA

*“Metrology is a horizontal scientific-technical field which underpins almost all subject fields in natural sciences and engineering. It is a technically wide and multidisciplinary field under a common methodology – characterized by the scientific treatment of measurement uncertainties, mathematical methods, principles of traceability, international metrological structures and organizations which cover the SI system such as the International Committee for Weights and Measures (CIPM) under the Meter Convention” [European Metrology Research Program, 2007].*

A metrologia, ou controlo metrológico é também, um requisito normativo para laboratórios de medição que prestam serviços à indústria, assim como para laboratórios de metrologia e calibração das mais variadas áreas [NP EN ISO/IEC 17025, 2005].

### 2.1 PADRÕES PRIMÁRIOS

Os padrões primários podem ser instrumentos ou artefactos de medição, materiais de referência, ou sistemas de medição destinados a medir, realizar, conservar ou reproduzir uma unidade ou um valor de uma grandeza para servir de referência [VIM, 2008]. Um padrão primário é reconhecido como possuindo as mais elevadas qualidades metrológicas, e cujo valor é aceite sem referência a outros padrões da mesma grandeza, é ainda, característica de um padrão primário possuir a mais baixa incerteza ao longo da cadeia de rastreabilidade.

Dentro das classes de padrão existe o padrão internacional, que é reconhecido como base internacional que serve para a fixação de valores de outros padrões, incluindo os padrões nacionais, os quais servem de base num país à fixação dos valores de outros padrões referentes à mesma grandeza. Em Portugal, os padrões nacionais encontram-se afectos ao Instituto Português da Qualidade (IPQ). Existem ainda, outras classes de padrões, tais como, os padrões secundários e padrões de trabalho que são os referenciais vulgarmente usados para calibrar ou verificar instrumentos de medida.

## 2.2 MATERIAL DE REFERÊNCIA CERTIFICADO

Um material de referência certificado (CRM) é um material de referência onde uma ou mais das suas propriedades são certificadas através de procedimentos que estabelecem a rastreabilidade às unidades fundamentais, nas quais as propriedades são expressas. Cada valor certificado é acompanhado por documentação, emitida por entidades competentes, onde é evidenciada a cadeia de rastreabilidade e apresentada uma incerteza à qual corresponde um determinado nível de confiança [Howarth e Redgrave, 2008; JCGM 200, 2008].

## 2.3 LABORATÓRIOS DE METROLOGIA

Os laboratórios de metrologia são organismos de muita importância no contexto do controlo metrológico, uma vez que, são estes que fazem a ligação da indústria, serviços e consumidores finais às instituições e padrões metrológicos do mais alto nível metrológico, garantindo assim, a ligação a cadeias de rastreabilidade.

Normalmente consideram-se três grupos de laboratórios de metrologia classificados segundo a sua posição na cadeia hierárquica de rastreabilidade.

Os laboratórios primários, são laboratórios reconhecidos internacionalmente pela realização metrológica de uma unidade de base SI ao nível primário ou ao mais alto nível possível, ou seja, possuem ou realizam os padrões primários, estes laboratórios, são ainda responsáveis pela investigação nesse domínio ou grandeza e pela sua manutenção.

Os laboratórios de referência são laboratórios capazes de efectuar calibrações de uma grandeza ao mais elevado nível de exactidão no país sendo que este é rastreado a um laboratório primário [Howarth e Redgrave, 2008]. Em Portugal tais funções são detidas pelo IPQ na maioria dos domínios metrológicos.

Os laboratórios acreditados, são organismos que possuem o reconhecimento de um organismo independente (IPAC no caso de Portugal), da sua competência, do seu sistema de gestão da qualidade, da sua imparcialidade, para efectuarem ensaios ou calibrações dentro de um determinado domínio. A acreditação é concedida, avaliada, renovada através da avaliação regular do laboratório (auditorias) segundo um conjunto de requisitos normativos [NP EN ISO/IEC 17025, 2005].

## 2.4 RASTREABILIDADE DAS MEDIÇÕES

O conceito de rastreabilidade das medições encontra-se interligado com o conceito de normalização e garantia de qualidade das medições [Ribeiro, 2007].

A cadeia de rastreabilidade de uma medição representada na Figura 2.1 é um conjunto ininterrupto de comparações com padrões de ordem superior, com incertezas conhecidas, que asseguram que o resultado de uma medição ou o valor de um padrão está relacionado com as referências de mais alto nível de qualidade, ou seja, o padrão primário correspondente [Howarth e Redgrave, 2008; JCGM 200, 2008].

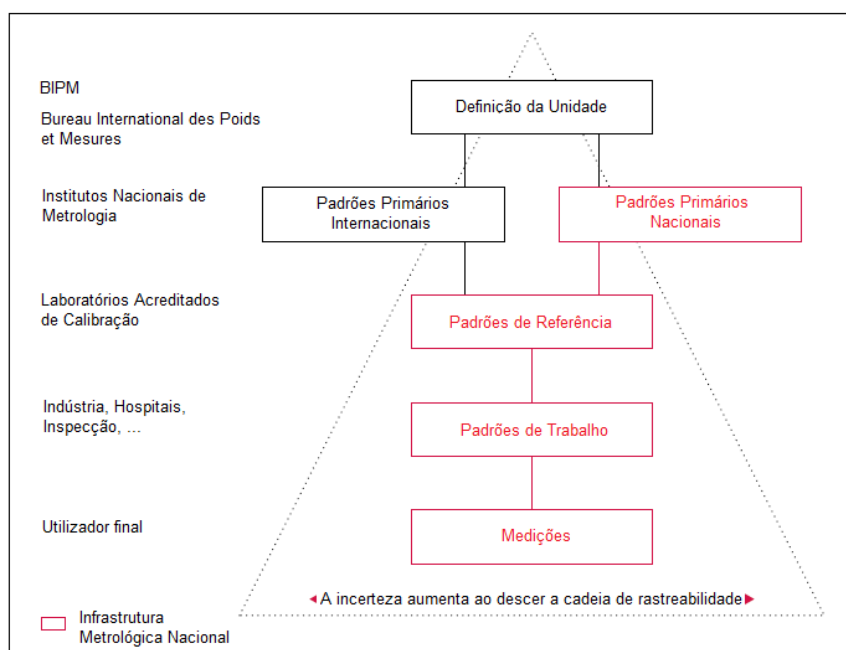


Figura 2.1 – A cadeia de rastreabilidade [adaptado: Howarth e Redgrave, 2008]

Como forma de manter uma cadeia de rastreabilidade efectiva, um laboratório deve ter os seus padrões ou equipamentos de referência devidamente calibrados em entidades competentes.

A garantia da cadeia de rastreabilidade de uma medição traduz-se em vantagens como, a avaliação da exactidão da medição, a confiança e fiabilidade do seu desempenho e resultados, a capacidade de comparação com outros equipamentos ou medições e ainda a sua integração no sistema internacional de unidades SI.

## **2.5 CONFIRMAÇÃO METROLÓGICA**

### **2.5.1 REQUISITOS NORMATIVOS**

Qualquer sistema de medição, independentemente da sua complexidade, requer um controlo metrológico [NP EN ISO/IEC 17025, 2005], o qual é mais ou menos complexo consoante a complexidade das grandezas em causa.

Um sistema de gestão da medição eficaz assegura que o equipamento de medição e os processos de medição são os adequados ao uso pretendido, garantindo a fiabilidade necessária das medidas para se conseguir atingir os objectivos da qualidade do produto, assim como, gerir o risco de resultados de medição incorrectos.

Os métodos usados para o sistema de gestão da medição vão desde a verificação básica de um equipamento de medição até à aplicação de técnicas estatísticas no controlo do processo de medição de forma a suportar e demonstrar a conformidade com os requisitos metrológicos. Em suma, o sistema de gestão da medição deve assegurar que os requisitos metrológicos especificados são satisfeitos. Estes requisitos poderão ser expressos como Erros Máximos Admissíveis (EMA), Critérios de Aceitação (CA), limites de incerteza, entre outros [Pereira e Requeijo, 2008]. Estes requisitos terão de ser definidos previamente em função dos requisitos de qualidade do equipamento, do cliente ou do consumidor, existindo para tal, procedimentos e documentação válida de modo a garantir uma correcta implementação, consistência na aplicação e validade dos resultados das medições [NP EN ISO 10012, 2005].

### **2.5.2 PLANO DE CONFIRMAÇÃO METROLÓGICA**

Um plano de confirmação metrológica deve ser concebido e implementado com o objectivo de assegurar que as características metrológicas do equipamento de medição satisfazem os requisitos metrológicos do processo de medição ao longo do tempo. Um plano de confirmação metrológica de um equipamento de medição deve englobar, calibrações, verificações e comparações com outros padrões e métodos. O plano de confirmação metrológica é determinado pela calibração (ou várias calibrações) tendo em conta as variáveis do processo, o equipamento de medição, o padrão de medição, o procedimento de medição e as condições (ambientais) do processo de medição [NP EN ISO 10012, 2005].

A Figura 2.2 apresenta de uma forma esquemática um processo de confirmação metrológica afecto a um sistema de medição.

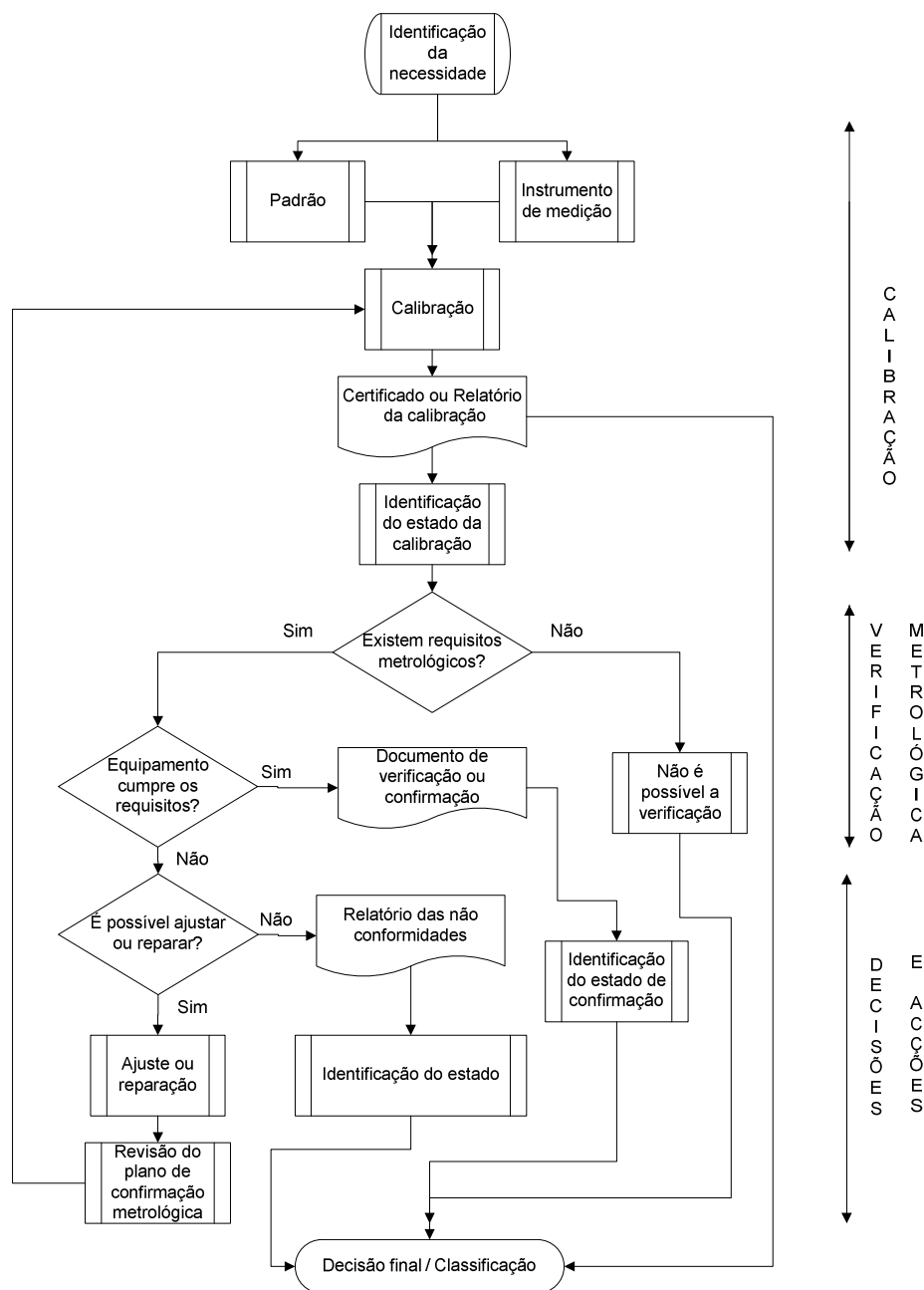


Figura 2.2 – Processo de confirmação metrológica de equipamentos de medição [NP EN ISO 10012, 2005]

### 2.5.3 CALIBRAÇÃO, AVALIAÇÃO DA CALIBRAÇÃO E PERIODICIDADE DE CALIBRAÇÃO

A calibração é uma ferramenta, ou procedimento para assegurar a rastreabilidade de uma medição. É portanto, uma operação que, em determinadas condições, estabelece a

relação entre o valor de uma medição e um padrão com incerteza conhecida, por comparação directa, garantido assim, a rastreabilidade da medição aos padrões primários. Uma calibração permite ainda, assegurar que as leituras de um instrumento sejam consistentes, assim como, determinar o nível de exactidão das mesmas [Howarth e Redgrave, 2008].

Como resultado deste procedimento é, normalmente emitido um registo, geralmente com o nome de “certificado de calibração” o qual deve apresentar um conjunto de requisitos [EN NP ISO/IEC 17025, 2005] de forma a evidenciar a qualidade e rastreabilidade da calibração. É com base nos certificados de calibração que são tomadas as decisões sobre a aceitação/rejeição ou adequação do instrumento ou padrão ao uso.

A Figura 2.3 apresenta de uma forma esquemática, a utilização dos resultados da calibração para decidir se este está em conformidade ou não conformidade com as especificações, tendo em conta a incerteza da calibração, onde para os casos A, B, C e D, as linhas verticais representam a incerteza expandida ( $\pm U$ ), e a linha curva indica a função densidade de probabilidade do valor da mensuranda.

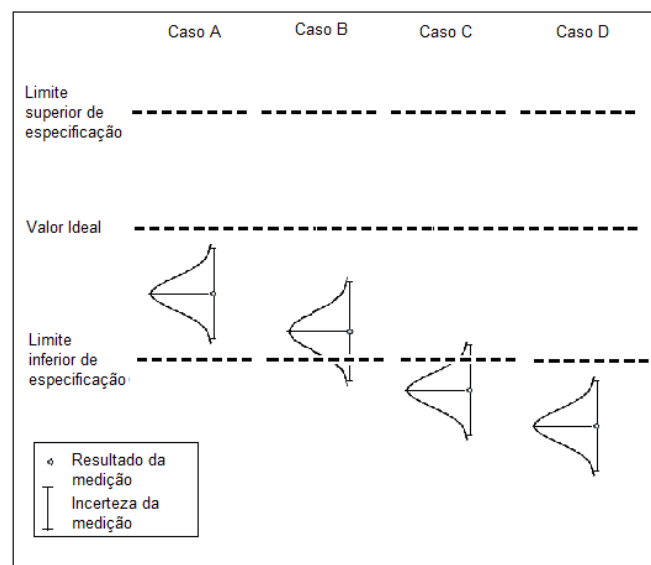


Figura 2.3 – Avaliação dos resultados de uma medição [adaptado: Cabral, 2004; UKAS, 2000]

A avaliação dos casos A e D é de alguma forma clara, onde no caso A o resultado da medição, assim como, a sua incerteza estão claramente dentro dos limites máximos e mínimos especificados (EMA ou CA), já para o caso D, o resultado e a respectiva incerteza da medição estão claramente fora dos mesmos limites.

Para o caso B, deve ser interpretado da seguinte forma: existe uma probabilidade de que o valor da mensuranda esteja dentro dos limites especificados, uma vez que, o resultado da medição está dentro dos limites, no entanto, esse mesmo limite está dentro do intervalo da incerteza expandida. O caso C é o inverso do caso B. Nestes casos (B e C), a decisão deverá ser feita em função das circunstâncias, especialmente associadas ao risco da decisão a tomar, uma vez que na ausência de outras informações como, especificações dos fabricantes, medições adicionais, comparações com outros equipamentos, não é possível tomar decisões de conformidade.

Em condições ideais o resultado da medição deveria representar sempre o caso A, onde a soma do erro da calibração com a incerteza expandida nunca ultrapassam os limites especificados como EMA ou CA. Como forma de garantia de conformidade ao longo do tempo, muitos instrumentos tem uma função de ajuste. O ajuste permite que no acto da calibração o resultado da medição coincida com o valor expectável ou o valor padrão, permitindo assim, assegurar que os resultados estejam de acordo com o caso A [Cabral, 2004; Ellison e Williams, 2007].

Um plano de confirmação metrológica exige ainda, a definição de intervalos de confirmação metrológica ou periodicidades de calibração. Estes intervalos devem ser estabelecidos, revistos e ajustados sempre que necessário, de modo a assegurar contínua conformidade com os requisitos metrológicos especificados [NP EN ISO 10012, 2005]. Para tal, existem métodos de avaliação como Shewart ou Schumacher, com os quais é possível estabelecer periodicidades referentes ao plano de confirmação metrológica de um sistema de medição [Norden, 2002; Pereira e Requeijo, 2008].

#### 2.5.4 ERRO E INCERTEZA DE MEDIÇÃO

Os resultados de uma medição nunca são exactos, estão associados a uma dúvida, ou seja, o valor de uma mensuranda só tem significado se a incerteza associada ao seu valor for conhecida [Eurolab, 2002; Eurolab, 2006; Norden, 2002; Taylor e Kuyatt, 1994].

Assim, numa medição teremos sempre um erro de medição, que é caracterizado pela diferença algébrica entre o resultado da medição e o valor verdadeiro da mensuranda, sendo que o valor verdadeiro na prática nunca pode ser determinado, devido à existência de uma incerteza de medição que está sempre associada ao resultado dessa mesma medição, a qual caracteriza a dispersão dos valores que podem ser razoavelmente atribuídos à mensuranda [VIM, 2008] como ilustra a Figura 2.4.

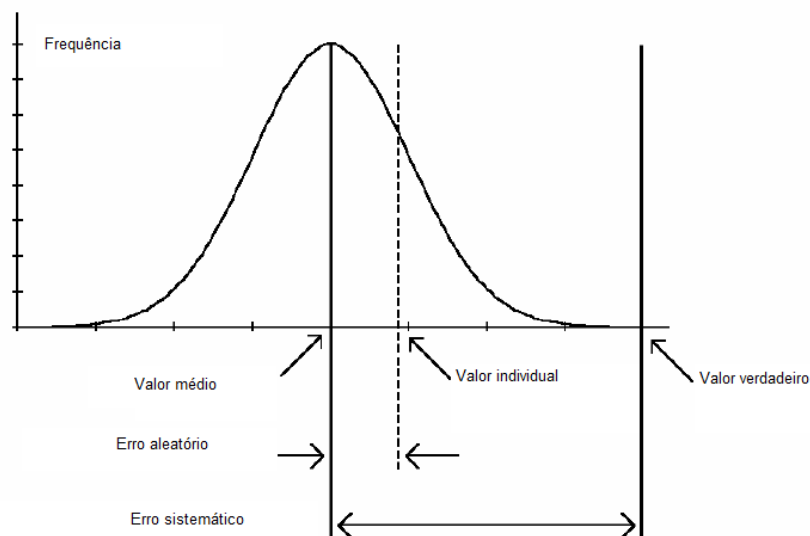


Figura 2.4 – Ilustração da dispersão dos valores de uma medição [adaptado: Eurolab, 2006]

A definição de erro e incerteza de medição, em conjunto significam que o resultado da medição é a melhor estimativa do valor da mensuranda, e que todas as componentes da incerteza, como incerteza do padrão, resolução, dispersão de leituras, entre outras, contribuem para o erro da medição como é apresentado na Figura 2.5.

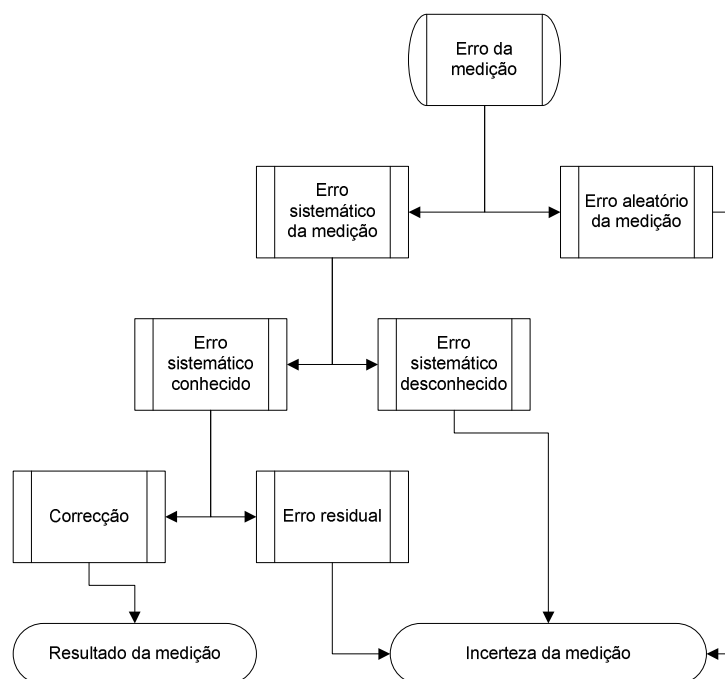


Figura 2.5 – Tipos de erros existentes numa medição e a sua influência na determinação do resultado e incerteza da medição [adaptado: Eurolab, 2006]



### 3 METODOLOGIAS DE AVALIAÇÃO E CÁLCULO DE INCERTEZAS

Numa perspectiva probabilística de análise do processo de medição, a determinação da dispersão dos resultados, traduzida na avaliação da incerteza da medição, está implícita na estimativa do resultado da própria medição, assim, o resultado de uma medição deverá indicar sempre a incerteza que lhe está associada [Ribeiro, 2007].

Sucintamente, a metodologia de cálculo de incertezas traduz-se na combinação de funções de probabilidades associadas a variáveis aleatórias de grandezas de entrada (fontes de incerteza) com recurso a modelos matemáticos para obter a função de probabilidade associada à mensuranda [Ribeiro, 2007].

A metodologia de cálculo de incertezas mais difundida e a mais usada em laboratórios de metrologia e calibração é apresentada no documento Guide for the Expression of the Uncertainty in Measurement (GUM) [GUM, 1995; JCGM 100, 2008] e Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration (EA-04/02) [EA-4/02, 1999].

Existem ainda, outras metodologias de avaliação de incertezas como a via analítica através de convolução de funções, esta via ao contrário das outras não recorre a aproximações, no entanto, apresenta maior complexidade e é de difícil aplicabilidade.

Recentemente surgiram trabalhos propondo uma outra via para avaliação de incertezas com recurso à simulação numérica, baseada no Método de Monte Carlo (MMC) [JCGM, 101, 2008; Ribeiro, 2007].

Neste capítulo, é desenvolvida a metodologia de avaliação de incertezas proposta pelo GUM, uma vez que, é aquela que melhor se adequa aos objectivos e às necessidades práticas deste trabalho. A metodologia baseada no MMC será apresentada, mas, no entanto, não será desenvolvida em detalhe nem aplicada no presente estudo.

#### 3.1 AVALIAÇÃO E CÁLCULO DE INCERTEZAS SEGUNDO A METODOLOGIA GUM

A metodologia de avaliação e cálculo das incertezas através da análise matemática (probabilística) proposta pelo GUM, também frequentemente chamada *lei de propagação de incertezas* ou *raiz quadrada da soma dos quadrados* é baseada numa aproximação matemática – a expansão em série de Taylor. Esta metodologia é aqui apresentada em oito passos (3.1.1 a 3.1.8). O primeiro passo refere-se à fase de formulação, do segundo ao sétimo a fase de cálculo e o oitavo passo refere-se à apresentação dos resultados

[GUM, 1995; EA-04/02, 1999; Eurolab, 2002; JCGM 100, 2008; Ribeiro 2007, Taylor e Kuyatt, 1994].

### 3.1.1 ESPECIFICAÇÃO DA MENSURANDA E IDENTIFICAÇÃO DAS GRANDEZAS DE ENTRADA

A especificação da mensuranda é necessária pois, é em função desta que decorre todo o processo de medição, sendo necessário defini-la quantitativamente e qualitativamente.

Normalmente utiliza-se uma representação matemática que relaciona a mensuranda ( $Y$ ) com as várias grandezas de entrada ( $X_i$ ), através de uma função  $f$  chamada equação de medição.

$$Y = f(X) = f(X_1, \dots, X_n) \quad (\text{Eq. 3.1})$$

Quando é conhecida a relação funcional  $f$  e sendo conhecidas estimativas das grandezas de entrada  $x_i$ , uma estimativa da mensuranda  $Y$ , denotada por  $y$ , esta relação funcional é expressa pela seguinte equação,

$$y = f(x) = f(x_1, \dots, x_n) \quad (\text{Eq. 3.2})$$

Muitas vezes as grandezas de entrada afectas à mensuranda resultam de observações com algum grau de imperfeição, assim, para uma maior aproximação à medida da mensuranda, a função matemática deverá contemplar todas as grandezas de entrada que afectam a mensuranda de forma significativa [Eurolab, 2006; UKAS Lab 12, 2000]<sup>2</sup>.

---

<sup>2</sup> Se duas fontes de incerteza diferem de um factor de  $\frac{1}{5}$ , a de menor contribuição pode ser negligenciada em relação à de maior contribuição. Isto devido ao somatório dos quadrados, uma incerteza que seja inferior a  $\frac{1}{p}$  contribui para a incerteza padrão combinada com uma proporção de  $\frac{1}{2p^2}$  em relação à incerteza padrão de maior expressão. Para um factor de  $\frac{1}{5}$  a proporção é de apenas 2%. No entanto isto não se aplica se as menores contribuições forem em grande número ou se existirem correlações entre as fontes de incerteza.

Nesta fase é ainda necessário identificar todas as correcções que terão de ser aplicadas aos resultados de medição da mensuranda.

As grandezas de entrada a considerar, também denominadas como fontes de incerteza, poderão ter várias proveniências [Ellison e Barwick, 1997; Pereira e Requeijo, 2008]:

- ✓ Definição incompleta da mensuranda;
- ✓ Incerteza de padrões e materiais de referência;
- ✓ Resolução e discriminação finita dos instrumentos de medição;
- ✓ Variações obtidas em observações repetidas da mensuranda em condições de repetibilidade;
- ✓ Variações obtidas em observações independentes da mensuranda em condições de reprodutibilidade;
- ✓ Interferências das condições ambientais na obtenção da mensuranda;
- ✓ Alterações nas características ou performance dos equipamentos de medição entre calibrações sucessivas;
- ✓ Valores de constantes e outros parâmetros usados na avaliação de dados;
- ✓ Deficiências na concepção dos equipamentos;
- ✓ Resultados de testes interlaboratoriais e de validação de métodos.

Estas são apresentadas na Figura 3.1 num diagrama Causa – Efeito.

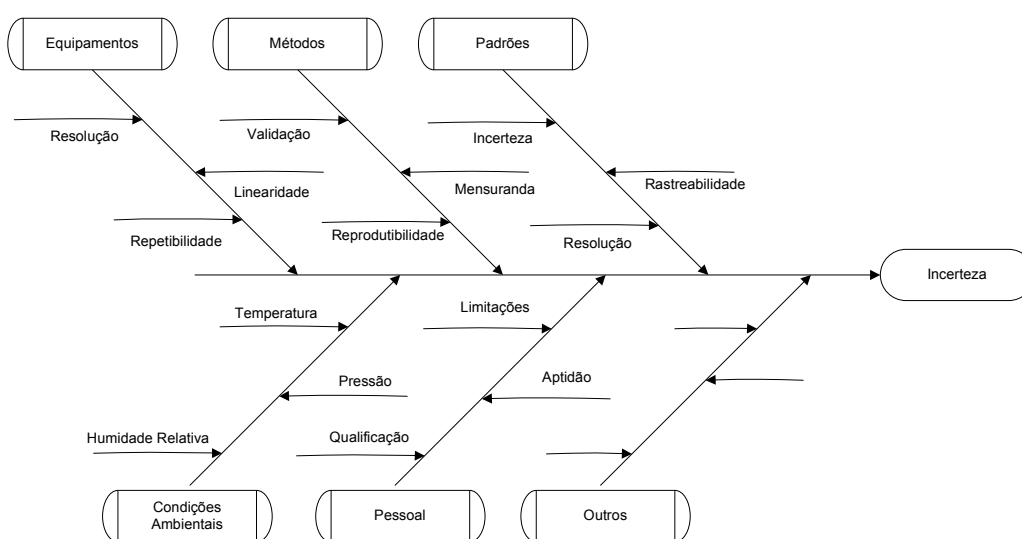


Figura 3.1 – Diagrama Causa – Efeito: contribuição das várias fontes de incerteza para a incerteza da medição [adaptado: Ellison e Barwick, 1997; Filipe, 2004; Pereira e Requeijo, 2008]

### 3.1.2 DETERMINAÇÃO DAS ESTIMATIVAS PARA AS GRANDEZAS DE ENTRADA

Este passo consiste na determinação ou estimativa do valor  $x_i$ , de todas as variáveis de entrada  $X_i$ . Estas poderão ser determinadas com recurso a medições, certificados de calibração, especificações técnicas, manuais de equipamentos ou literatura, estudos e experiência do observador, entre outras.

### 3.1.3 AVALIAÇÃO DAS INCERTEZAS PADRÃO PARA AS ESTIMATIVAS DAS GRANDEZAS DE ENTRADA

O GUM propõe duas vias de avaliação das incertezas padrão para as quais classifica as fontes de incerteza segundo dois tipos: “incertezas padrão *tipo A*” e “incertezas padrão *tipo B*”. Esta classificação distingue duas vias distintas para obter as estimativas das suas variâncias,  $s^2(x_i)$ .

A incerteza padrão *tipo A* de carácter “*aleatória*” é obtida de forma estatística através do cálculo do desvio padrão de uma série de medições independentes em condições de repetibilidade. A incerteza padrão *tipo B* de carácter “*sistemática*” resulta da adopção de determinadas funções densidade de probabilidade com expressões de variância conhecida, o que implica um conhecimento prévio da grandeza de entrada.

#### 3.1.3.1 INCERTEZAS PADRÃO TIPO A

No caso de ser uma incerteza padrão do *tipo A*, considera-se, na presença de uma variável aleatória  $q$ , para a qual se realizam uma série de  $n$  medições ( $n > 1$ )<sup>3</sup> estatisticamente independentes em condições de repetibilidade, o valor espectável da grandeza  $\bar{q}$  é dada pela média aritmética,

---

<sup>3</sup> É do senso comum e do bom senso que numa experiência ou medição é desaconselhável ter apenas uma observação, pois existe uma grande probabilidade de se cometerem erros grosseiros uma vez que falta termo de comparação. É uma situação similar à que acontece em alguns tribunais, onde vigora um antigo princípio do Direito Romano: “Uma testemunha é igual a nenhuma testemunha” [Cabral, 2004].

$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n q_i = \frac{q_1 + q_2 + \dots + q_n}{n} \quad (\text{Eq. 3.3})$$

o desvio padrão experimental da medição é dado por,

$$s(q_i) = \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{i=1}^n (q_i - \bar{q})^2} \quad (\text{Eq. 3.4})$$

e o desvio padrão experimental da média é dado por,

$$s(\bar{q}) = \frac{s(q_i)}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (q_i - \bar{q})^2} \quad (\text{Eq. 3.5})$$

Para um grande número observações ( $n$ ), a média aritmética desses mesmos valores aproxima-se do limite central da distribuição. Nestas condições, a distribuição de probabilidade pode ser assumida como tendo uma forma Normal ou de Gauss.

Para incertezas padrão do *tipo A* o desvio padrão é usado directamente como valor da incerteza padrão da respectiva grandeza de entrada, ou seja, para uma grandeza de entrada  $X_i$  determinada a partir de  $n$  observações, a incerteza padrão  $u(x_i)$  da sua estimativa ( $x_i = X_i$ ) é  $u(x_i) = s(X_i)$  calculada de acordo com a equação 3.5<sup>4</sup>.

### 3.1.3.2 INCERTEZAS PADRÃO TIPO B

Para estimativas  $x_i$  de determinadas grandezas de entrada  $X_i$  que não sejam obtidas a partir de séries de observações, é feita uma avaliação da incerteza padrão *tipo B*. Neste caso é utilizada informação prévia relevante como: incertezas de padrões e materiais de referência, certificados de calibração, medições prévias, conhecimento e experiência relativa ao instrumento de medição, resolução dos equipamentos, instabilidade, influência

---

<sup>4</sup> Se o valor de uma determinada fonte de incerteza é dado pelo desvio padrão de uma série de medições, este poderá ser usado directamente como valor da incerteza  $u(x_i)$ . Por exemplo o resultado de uma comparação interlaboratorial, dada como desvio padrão  $s$ , poderá ser usado como valor da incerteza  $u(x_i) = s_i$ .

das condições ambientais, resultados de testes inter-laboratoriais, entre outras, para a estimativa da incerteza padrão  $u(x_i)$ , sendo que esta informação deve originalmente derivar de métodos estatísticos.

Uma incerteza padrão *tipo B* bem caracterizada poderá ser tão válida como uma avaliação do *tipo A*, especialmente em situações de medição onde uma avaliação é baseada apenas na comparação de um pequeno número de observações estatísticas independentes [EA-04/02, 1999].

Deverão ser considerados os seguintes casos:

- i. Quando apenas é conhecido um valor associado à grandeza de entrada  $X_i$ , que tenha resultado de, uma medição prévia, um valor de referência retirado da literatura ou um valor de correcção, esse valor é usado como estimativa para  $x_i$ , é adoptado para determinar a incerteza padrão  $u(x_i)$  associada à grandeza de entrada  $X_i$ .
- ii. No caso de se poder assumir uma distribuição de probabilidade associada à grandeza de entrada  $X_i$ , baseada em teoria ou experiência, deverá considerar-se o valor expectável e a raiz quadrada da variância da mesma distribuição como estimativa de  $x_i$  e a incerteza padrão  $u(x_i)$  respectivamente.

Na presença de uma grandeza de entrada caracterizada por uma distribuição de probabilidade Normal (Figura 3.2), com intervalos de confiança conhecidos (ex: valor retirado de um certificado de calibração que apresente um intervalo de confiança de 95%) a estimativa da incerteza padrão é dada por,

$$u(x_i) = \frac{\text{Incerteza Expandida}}{k} \quad (\text{Eq. 3.6})$$

Onde  $k$  é o factor de expansão dado pela Tabela 3.1.

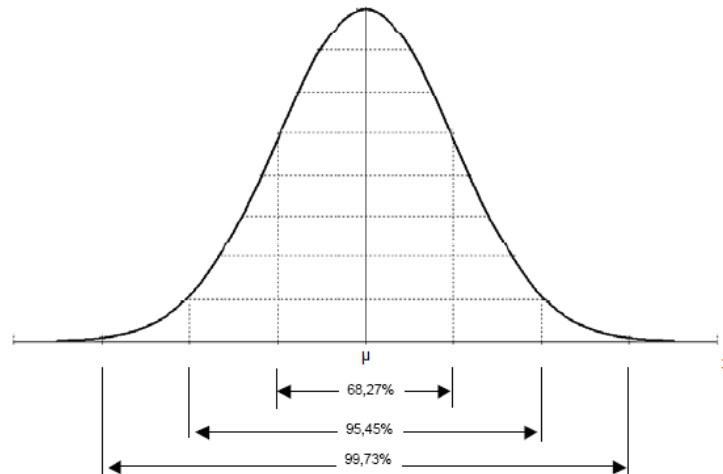


Figura 3.2 – Distribuição de probabilidade Normal [adaptado: Pereira e Requeijo, 2008]

Os valores apresentados na Figura 3.2 representam a área abaixo da curva de distribuição de probabilidades correspondente a “ $k$ ” desvios padrão  $(\mu \pm k \cdot s)$ ,  $(\mu \pm 1 \cdot s)$  (68,27%),  $(\mu \pm 2 \cdot s)$  (95,45%) e  $(\mu \pm 3 \cdot s)$  (99,73%) respectivamente.

Para uma distribuição de probabilidade normal, a função densidade de probabilidade é dada por,

$$f(x) = \frac{1}{s\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(x-\mu)^2}{2s^2}} \quad (\text{Eq. 3.7})$$

O desvio-padrão  $s$  corresponde aos pontos de inflexão da função [Cabral, 2004; Pereira e Requeijo, 2008]

- iii. Caso sejam apenas conhecidos os limites superiores e inferiores,  $a_+$  e  $a_-$  (ex: especificações do fabricante, gama de medição, resolução dos equipamentos de medição), como estimativa do valor da grandeza de entrada  $X_i$  poderá ser assumida uma distribuição de probabilidade que melhor se adeque à grandeza, por exemplo, rectangular, triangular, em forma de U ou outra.

No caso de se considerar uma distribuição rectangular, uma estimativa do valor  $x_i$  é dada por,

$$x_i = \frac{1}{2} (a_+ + a_-) \quad (\text{Eq. 3.8})$$

e o quadrado da incerteza padrão dada por,

$$u^2(x_i) = \frac{1}{12}(a_+ - a_-)^2 \quad (\text{Eq. 3.9})$$

Se a diferença entre os valores limites  $a_+$  e  $a_-$  for denotada por  $2a$  a equação anterior fica,

$$u^2(x_i) = \frac{1}{3}(a)^2 \quad (\text{Eq. 3.10})$$

A distribuição rectangular apresentada na Figura 3.3 descreve razoavelmente em termos probabilísticos uma grandeza de entrada, com um conhecimento inadequado ou ausência de outra informação além dos limites de variabilidade [UKAS M3003, 2007].

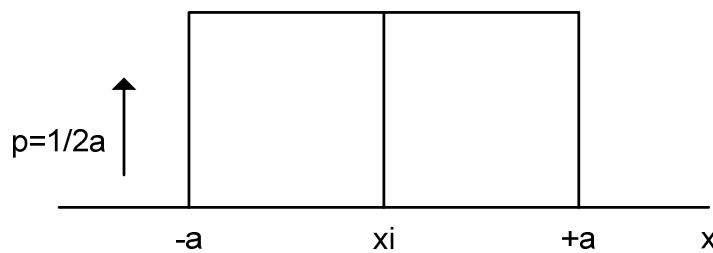


Figura 3.3 – Distribuição de probabilidade rectangular [adaptado: Cabral, 2004; UKAS M3003, 2007]

Para uma distribuição de probabilidade rectangular, a função densidade de probabilidade é dada por [Cabral, 2004],

$$f(x) = \begin{cases} \frac{1}{2a}, & (x_i - a) \leq x \leq (x_i + a) \\ 0, & \text{res tan tes } x \end{cases} \quad (\text{Eq. 3.11})$$

Caso seja conhecido que os valores da grandeza de entrada  $X_i$  junto ao centro do intervalo de variabilidade são mais prováveis que junto aos limites poderá ser considerada uma distribuição tipo triangular, Figura 3.4, ou normal que melhor se adeque [EA 04/02, 1999; Taylor e Kuayatt, 1994, UKAS M3003, 2007].



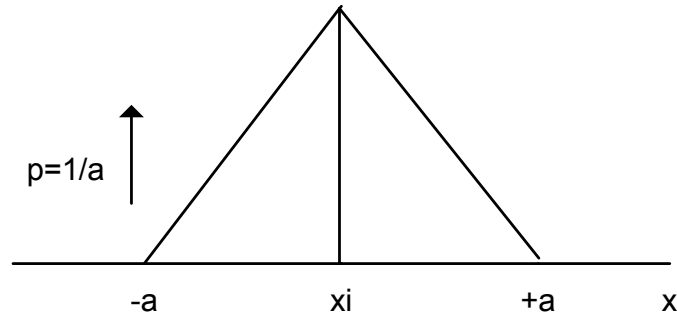


Figura 3.4 – Distribuição de probabilidade triangular [adaptado: Cabral, 2004; UKAS M3003, 2007]

No caso de se considerar uma distribuição tipo triangular, uma estimativa do valor  $x_i$  é dada por,

$$x_i = \frac{1}{3}(a_+ + a_-) \quad (\text{Eq. 3.12})$$

e o quadrado da incerteza padrão dada por,

$$u^2(x_i) = \frac{1}{24}(a_+ - a_-)^2 \quad (\text{Eq. 3.13})$$

Se a diferença entre os valores limites  $a_+$  e  $a_-$  for denotada por  $2a$  a equação anterior fica,

$$u^2(x_i) = \frac{1}{6}(a)^2 \quad (\text{Eq. 3.14})$$

Para uma distribuição de probabilidade triangular, a função densidade de probabilidade é dada por [Cabral, 2004].

$$f(x) = \begin{cases} \frac{x+a}{a^2}, & -a \leq x \leq x_i \\ \frac{a-x}{a^2}, & x_i \leq x \leq +a \\ 0, & \text{restantes } x \end{cases} \quad (\text{Eq. 3.15})$$

Da mesma forma, se os valores junto aos limites são mais prováveis que junto ao centro, poderá ser considerada uma distribuição em forma de U, Figura 3.5 [EA 04/02, 1999; Taylor e Kuayatt, 1994; UKAS M3003, 2007].

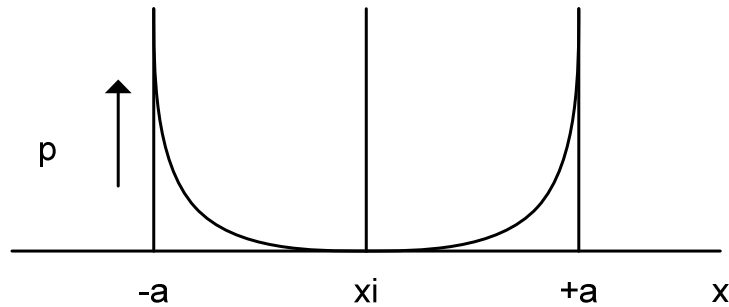


Figura 3.5 – Distribuição de probabilidade em U [adaptado: Cabral, 2004; UKAS M3003, 2007]

No caso de se considerar uma distribuição em forma de U a estimativa de  $x_i$  é dada por,

$$u^2(x_i) = \frac{1}{2}(a)^2 \quad (\text{Eq. 3.16})$$

Para uma distribuição de probabilidade em U, ou derivada do arco-seno, a função densidade de probabilidade é dada por [Cabral, 2004],

$$f(x) = \begin{cases} \frac{1}{\pi\sqrt{a^2-x^2}}, & -a < x < +a \\ 0, & \text{res tan tes } x \end{cases} \quad (\text{Eq. 3.17})$$

Existem ainda outros tipos de distribuições de probabilidade de interesse como o caso da trapezoidal, co-seno e meio co-seno, quadrática, Dirac e ainda a distribuição em “M” ou bi-modal [Cabral, 2004; Ribeiro, 2007].

#### 3.1.4 AVALIAÇÃO DAS COVARIÂNCIAS ASSOCIADAS ÀS GRANDEZAS DE ENTRADA CORRELACIONADAS

Neste passo pretende-se avaliar se existem correlações entre as diferentes fontes de incerteza, ou seja, quando duas grandezas de entrada  $x_i$  e  $x_j$  são interdependentes.

Se duas grandezas de entrada tem uma fonte de incerteza comum (ex: ambas dependem da incerteza da temperatura, interferências cruzadas na medição de gases, etc.), as suas incertezas não são independentes, ou seja estão correlacionadas.

A expressão para a variância combinada  $u_c^2(y)$ , associada ao resultado da medição é dada por,

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^n \left( \frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=i+1}^n \left( \frac{\partial f}{\partial x_i} \right) \left( \frac{\partial f}{\partial x_j} \right) \cdot u(x_i, x_j) \quad (\text{Eq. 3.18})$$

Onde  $x_i$  e  $x_j$  são as estimativas de  $X_i$  e  $X_j$ ,  $u(x_i, x_j) = u(x_j, x_i)$  é a covariância estimada associada a  $x_i$  e  $x_j$ .

O grau de correlação entre  $x_i$  e  $x_j$  é estimado pela seguinte equação,

$$r(x_i, x_j) = \frac{u(x_i, x_j)}{u(x_i) \cdot u(x_j)} \quad (\text{Eq. 3.19})$$

onde  $r(x_i, x_j) = r(x_j, x_i)$  e  $-1 \leq r(x_i, x_j) \leq +1$ . No caso das estimativas de  $x_i$  e  $x_j$  serem independentes,  $r(x_i, x_j) = 0$  [GUM, 1995; JCGM 100, 2008]<sup>5</sup>.

### 3.1.5 CÁLCULO DO RESULTADO DA MEDIÇÃO A PARTIR DAS GRANDEZAS DE ENTRADA

O resultado da medição é obtido a partir da aplicação da função de medição,  $y = f(x_1, x_2, x_3, \dots, x_n)$ .

A metodologia apresentada no GUM faz a aplicação do desenvolvimento em Série de Taylor de 1ª ordem em torno do valor esperado do parâmetro  $\mu_i$  para cada grandeza de entrada  $x_i$ .

---

<sup>5</sup> Na prática, os efeitos da correlação são de difícil avaliação, quando não são conhecidos assume-se que não existe correlação ou que esta é desprezável, no entanto não é dispensado o trabalho neste campo a fim de tentar avaliar a sua importância.

$$y = f(\mu_1, \mu_2, \dots, \mu_n) + \sum_{i=1}^n \left( \frac{\partial f}{\partial x_i} \right) \cdot (x_i - \mu_i) + r_2(x_i) \quad (\text{Eq. 3.20})$$

onde,  $\mu_i$  e  $x_i$  representam, respectivamente, o valor esperado e a estimativa para cada grandeza de entrada,  $r_2$  representa o resto de 2ª ordem do desenvolvimento em série de Taylor e  $f(\mu_1, \mu_2, \dots, \mu_n)$  representa o valor esperado  $\mu_y$  da mensuranda  $y$  [Ribeiro, 2007].

Considerando  $\mu_y = f(\mu_1, \mu_2, \dots, \mu_n)$ , que o modelo matemático é linear ( $r_2(x_i) = 0$ ) e tendo em conta a *Lei de Propagação de Incertezas* (LPI) expressa no GUM e atendendo às propriedades do valor expectável, resulta,

$$u_c^2(y) = \left[ \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n \left( \frac{\partial f}{\partial x_i} \right) \left( \frac{\partial f}{\partial x_j} \right) \cdot E[(x_i - \mu_i) \cdot (x_j - \mu_j)] \right] \quad (\text{Eq. 3.21})$$

De uma forma mais explícita, é possível apresentar a equação anterior de forma a distinguir as componentes da variância  $u^2(x_i)$  das restantes componentes de covariância  $u(x_i, x_j)$  (Equação 3.18) [GUM, 1995; Eurolab, 2006; Ribeiro, 2007].

Estas equações apresentam alguma complexidade para utilização geral, mas, na prática tornam-se mais simples para relações matemáticas simples, assim, admitindo que ambas as derivadas parciais se reportam à mesma grandeza de entrada ( $i = j$ ), ou seja associadas à variância de cada uma das grandezas de entrada, considerando ainda que estamos na ausência de correlação,  $x_i$  e  $x_j$  serem independentes ou esta ser desprezável  $r(x_i, x_j) = 0$ , as expressões anteriores tomam uma forma simplificada descrita no GUM [JCGM 100, 2008],

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^n \left( \frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot u^2(x_i) \quad (\text{Eq. 3.22})$$

### 3.1.6 CÁLCULO DA INCERTEZA PADRÃO COMBINADA

A incerteza padrão combinada é calculada a partir das incertezas de cada componente ou grandeza de entrada definidas.

Tendo em conta a descrição dos passos anteriores, podemos considerar as seguintes equações para calcular a incerteza combinada, onde, nessas equações as derivadas parciais  $\left(\frac{\partial f}{\partial x_i}\right)$  serão posteriormente denominadas por *coeficientes de sensibilidade*  $c_i$ , os quais representam na prática a extensão da influência, ou peso ponderal, determinada pela variabilidade de cada grandeza de entrada  $x_i$  na estimativa da grandeza de saída  $Y$ .

Nos casos onde a função  $y = f(x)$  resulta de somas ou produtos, as derivadas podem ser obtidas através de cálculo diferencial. Caso a função apresentar um modelo mais complexo, os coeficientes de sensibilidade poderão ser obtidos experimentalmente através da função  $c_i = \frac{\Delta y}{\Delta x_i}$  [Eurolab, 2006].

A contribuição da incerteza de cada uma das grandezas de entrada para a incerteza da mensuranda é dada por,

$$u_i^2(y) = c_i^2 \cdot u^2(x_i) = \left(\frac{\partial f}{\partial x_i}\right)^2 \cdot u^2(x_i) \quad (\text{Eq. 3.23})$$

Para componentes de incerteza não-correlacionadas, (aproximação de 1ª ordem de Taylor) a incerteza combinada fica<sup>6</sup>,

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^n c_i^2 \cdot u^2(x_i) = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i}\right)^2 \cdot u^2(x_i) \quad (\text{Eq. 3.24})$$

Para modelos simplificados, onde as equações de medição envolvem apenas somas e diferenças  $y = (x_1 + x_2 + x_3 \dots x_n)$  a incerteza combinada é dada por,

---

<sup>6</sup>  $\sum_{i=1}^n \frac{u_i^2}{u(y)^2} = 1$  onde, os termos  $\frac{u_i^2}{u(y)^2}$  indicam quais as quantidades que contribuem de uma forma significativa para a incerteza combinada do resultado da medição e as que contribuem apenas de uma forma marginal [Eurolab, 2006].

$$u(y) = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + \dots + u_n^2} \quad (\text{Eq. 3.25})$$

Para equações de medição que envolvam apenas produtos e quocientes  $y = (x_1 * x_2 * x_3 / x_4 \dots x_n)$  a incerteza combinada fica,

$$\frac{u(y)}{|y|} = \sqrt{\frac{u_1^2}{x_1^2} + \frac{u_2^2}{x_2^2} + \frac{u_3^2}{x_3^2} + \dots + \frac{u_n^2}{x_n^2}} \quad (\text{Eq. 3.26})$$

Caso a equação de medição envolva exponenciais a incerteza combinada vêm,

$$\frac{u(y)}{|y|} = \sqrt{\frac{a^2 u_1^2(x_1)}{x_1^2} + \frac{b^2 u_2^2(x_2)}{x_2^2} + \dots + \frac{z^2 u_n^2(x_n)}{x_n^2}} \quad (\text{Eq. 3.27})$$

### 3.1.7 CÁLCULO DA INCERTEZA EXPANDIDA

A metodologia descrita nos passos anteriores, assume que a distribuição de probabilidade da grandeza de saída,  $y$ , é do tipo Normal, sempre que as condições do Teorema de Limite Central são garantidas [Ribeiro, 2007; Taylor e Kuayatt, 1994].

Para uma distribuição de probabilidades do tipo Normal, a incerteza de medição padrão que corresponde a um desvio padrão experimental representa um intervalo de confiança de aproximadamente 68%. Em metrologia, este intervalo de confiança é considerado baixo para garantir uma boa confiança do modelo, pelo que por convenção, o adequado e utilizado na maioria dos casos corresponde a um intervalo de confiança de 95%.

A incerteza expandida da medição, denotada por  $U$ , resulta da aplicação de um factor de expansão,  $k$ , de acordo com o tipo de distribuição e nível de confiança exigido à incerteza padrão da medição de acordo com a Tabela 3.1.

$$U = k \cdot u(y) \quad (\text{Eq. 3.28})$$

Tabela 3.1 – Determinação do factor de expansão,  $k$ , com base no número de graus de liberdade efectivos,  $\nu_{eff}$ , para diferentes probabilidades de ocorrência de uma distribuição t-Student [adaptado: JCGM 100, 2008; UKAS M3003, 2007]

Graus de liberdade efectivos, $\nu_{eff}$	Probabilidade de ocorrência, $p$					
	68,27	90	95	95,45	99	99,73
1	1,84	6,31	12,71	13,97	63,66	235,80
2	1,32	2,92	4,30	4,53	9,92	19,21
3	1,20	2,35	3,18	3,31	5,84	9,22
4	1,14	2,13	2,78	2,87	4,60	6,62
5	1,11	2,02	2,57	2,65	4,03	5,51
6	1,09	1,94	2,45	2,52	3,71	4,90
7	1,08	1,89	2,36	2,43	3,50	4,53
8	1,07	1,86	2,31	2,37	3,36	4,28
9	1,06	1,83	2,26	2,32	3,25	4,09
10	1,05	1,81	2,23	2,28	3,17	3,96
11	1,05	1,80	2,20	2,25	3,11	3,85
12	1,04	1,78	2,18	2,23	3,05	3,76
13	1,04	1,77	2,16	2,21	3,01	3,69
14	1,04	1,76	2,14	2,20	2,98	3,64
15	1,03	1,75	2,13	2,18	2,95	3,59
16	1,03	1,75	2,12	2,17	2,92	3,54
17	1,03	1,74	2,11	2,16	2,90	3,51
18	1,03	1,73	2,10	2,15	2,88	3,48
19	1,03	1,73	2,09	2,14	2,86	3,45
20	1,03	1,72	2,09	2,13	2,85	3,42
25	1,02	1,71	2,06	2,11	2,79	3,33
30	1,02	1,70	2,04	2,09	2,75	3,27
35	1,01	1,70	2,03	2,07	2,72	3,23
40	1,01	1,68	2,02	2,06	2,70	3,20
45	1,01	1,68	2,01	2,06	2,69	3,18
50	1,01	1,68	2,01	2,05	2,68	3,16
100	1,005	1,660	1,984	2,025	2,626	3,077
500 000	1,000	1,645	1,960	2,000	2,576	3,000
$\infty (k)$	1,000	1,645	1,960	2,000	2,576	3,000

O factor de expansão  $k$  é estabelecido de acordo com o nível de confiança desejado, tipicamente varia entre 2 e 3. No âmbito da metrologia industrial usa-se um factor de expansão de 2 (assumido pelo GUM) que permite ampliar o nível de confiança de 68% para 95%, que corresponde a uma relação equivalente de 1 para 2 desvios-padrão numa distribuição densidade de probabilidade Normal [EA 04/02, 1999; Ribeiro, 2007; Taylor e Kuayatt, 1994, UKAS M3003, 2007].

Neste contexto existe alguma dificuldade na validação e aplicação genérica destes requisitos à realidade experimental. Uma vez que, uma das principais limitações é a realização de um número finito (reduzido) de observações, por conseguinte, o GUM indica um procedimento alternativo que recorre à aplicação da distribuição de probabilidade t-Student, como forma de determinar o factor de expansão em função do número observações geralmente identificados como graus de liberdade efectivos [Ribeiro, 2007].

Com a utilização da distribuição de probabilidade t-Student, surge a necessidade de efectuar uma análise do número de graus de liberdade associados à grandeza de saída para determinar o factor de expansão. Esta análise depende mais uma vez do método de avaliação de incertezas, *tipo A* ou *tipo B*.

Para incertezas do *tipo A*, para uma dimensão da amostra de  $n$  ( $n \geq 2$ ) observações independentes, o número de graus de liberdade,  $\nu_i$ , corresponde a  $n-1$  valores independentes.

No caso de incertezas do *tipo B*, esta análise é complexa e de certa forma arbitrária, uma vez que, em situações normais ou vulgares não existe informação suficiente acerca da dimensão da amostra. Neste caso o GUM apresenta uma forma de relacionar o número de graus de liberdade com o grau de fiabilidade da informação utilizada.

$$\nu_i = \frac{1}{2} \left[ \frac{\Delta u(x_i)}{u(x_i)} \right]^{-2} \quad (\text{Eq. 3.29})$$

O grau de fiabilidade,  $F$ , é dado por,  $F = 1 - \left( \frac{\Delta u(x_i)}{u(x_i)} \right)$ , onde  $\Delta u(x_i)$  representa a estimativa da percentagem da “incerteza” inerente à incerteza de medição  $u(x_i)$ .



Considerando um exemplo de aplicação típica,  $\left(\frac{\Delta u(x_i)}{u(x_i)}\right)$  igual a 0,1, o grau de fiabilidade da informação corresponde a 0,9, ou seja, os limites definidos incorporam 90% das possibilidades dos valores observados, assim,

$$v_i = \frac{1}{2}[0,1]^{-2} = 50 \text{ graus de liberdade [Ribeiro, 2007].}$$

Uma vez que, para este tipo de distribuição, o factor de expansão depende do número de graus de liberdade efectivos, o GUM aponta a fórmula empírica de Welch-Satterthwite para resolução desta questão,

$$v_{eff} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^n \frac{u_i^4(y)}{v_i}} \quad (\text{Eq. 3.30})$$

Com o resultado obtido de  $v_{eff}$  é possível determinar o factor de expansão  $k$ , de uma forma aproximada pela Tabela 3.1, considerando um intervalo de confiança de 95,45% [GUM, 1995; JCGM 200, 2008; Taylor e Kuayatt, 1994; UKAS M3003, 2007], ou através de uma folha de cálculo “Excel” pela função  $k = TINV(v_{eff}; (1 - p))$ .

### 3.1.8 APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS

O resultado de uma medição é convencionalmente expresso da seguinte forma,

$$Y = y \pm U \quad (\text{Eq. 3.31})$$

Ou seja, a equação anterior é interpretada da seguinte forma: a melhor estimativa do valor atribuído à mensuranda  $Y$  é  $y$ , o intervalo entre  $y - U$  e  $y + U$  engloba o conjunto de valores que poderão dentro de uma determinada distribuição estatística e nível de confiança ser atribuídos a  $Y$ .

A incerteza expandida  $U$ , calculada nos passos anteriores deve ser apresentada com um máximo de dois algarismos significativos e o valor de  $y$  deve ser arredondado a um número de dígitos nunca superior ao padrão utilizado, assim como deve ser apresentada nas mesmas unidades.

A Tabela 3.2 apresenta uma síntese dos dados necessários ao modelo matemático descrito pelo GUM para obter a incerteza expandida  $U$  [EA-4/02, 1999, Ribeiro, 2007].

Tabela 3.2 – Balanço da incerteza de medição segundo o procedimento do GUM [adaptado: EA-4/02, 1999; Ribeiro, 2007]

Grandezas de entrada $(X_i)$	Estimativas $(x_i)$	Incertezas padrão $(u(x_i))$	Coefficientes de sensibilidade $(c_i)$	Incerteza padrão parcial $(u_i(y))$	Graus de liberdade $(v_i)$
$X_1$	$x_1$	$u(x_1)$	$c_1$	$u_1(y)$	$v_1$
$X_2$	$x_2$	$u(x_2)$	$c_2$	$u_2(y)$	$v_2$
$X_3$	$x_3$	$u(x_3)$	$c_3$	$u_3(y)$	$v_3$
...	...	...	...	...	...
$X_n$	$x_n$	$u(x_n)$	$c_n$	$u_n(y)$	$v_n$
$Y$	$y$	Incerteza padrão de medição		$u(y)$	
		Graus de liberdade efectivos		$v_{eff}$	
		Factor de expansão		$k$	
		Incerteza expandida de medição		$U$	
$Y = y \pm U$					

O resultado de uma medição deverá ainda ser acompanhado da seguinte informação relativa à metodologia de avaliação das incertezas de medição utilizada: “A incerteza expandida apresentada foi estimada de acordo com a metodologia do documento EA-04/02, está expressa pela incerteza padrão multiplicada por um factor de expansão  $k = 2$ , que corresponde a um intervalo de confiança de aproximadamente 95%.”

A Figura 3.6 apresenta um fluxograma com o algoritmo, os procedimentos e suas relações funcionais para a avaliação da incerteza expandida de medição segundo a metodologia GUM [Cabral, 2004; GUM, 1995; JCGM 100, 2008; EA-04/02, 1999; Eurolab, 2002 e Ribeiro, 2007].

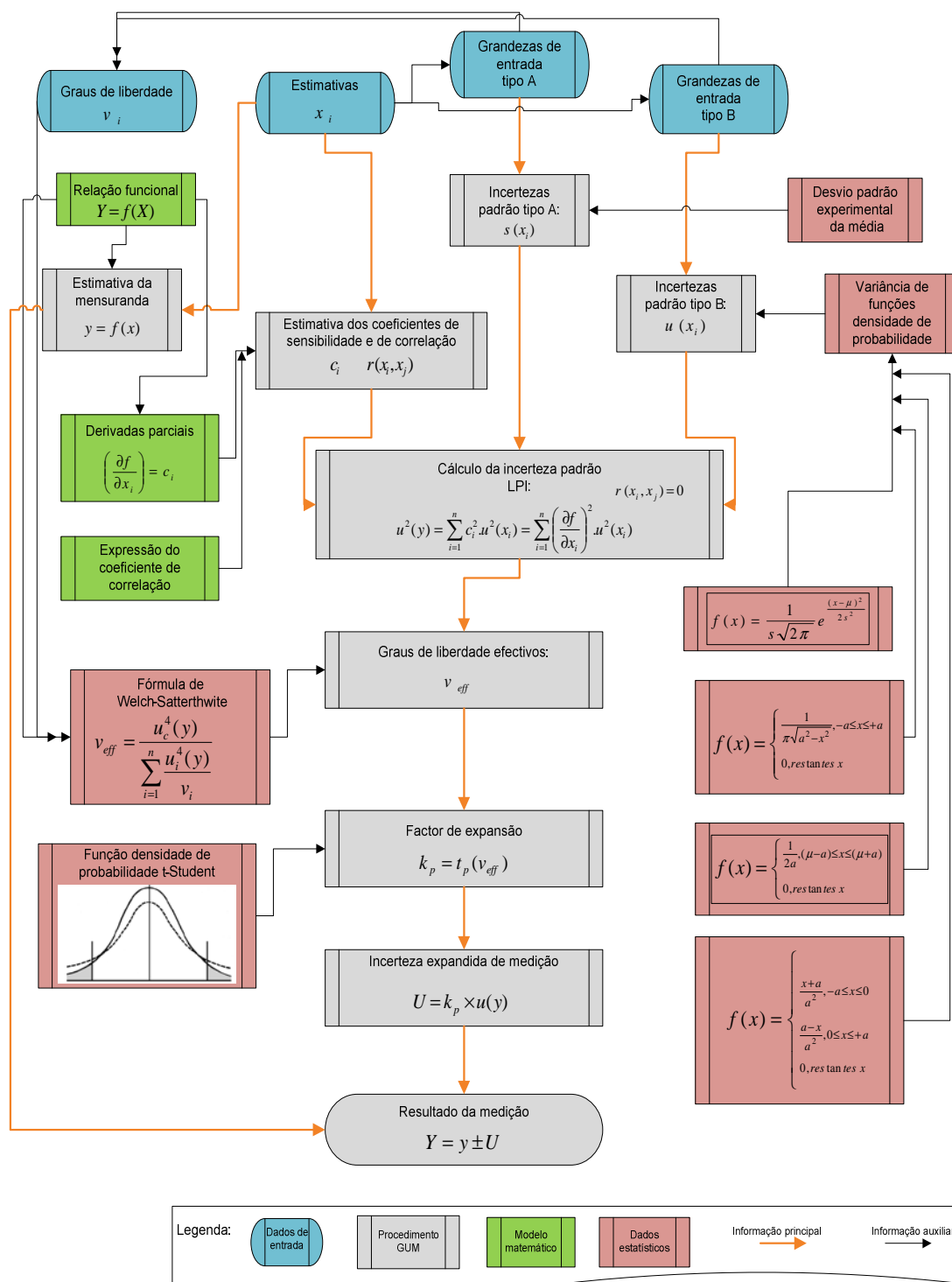


Figura 3.6 – Procedimento de avaliação da incerteza de medição segundo a metodologia GUM [adaptado: Cabral, 2004, Ribeiro, 2007]

### 3.2 AVALIAÇÃO E CÁLCULO DE INCERTEZAS SEGUNDO O MÉTODO DE MONTE CARLO

A simulação pelo Método de Monte Carlo (MMC) teve início em meados da década de 50 – 60 do século XX. A aplicação à análise e determinação de incertezas de medição no contexto da metrologia foi desenvolvida a partir do final da década de 90. Em 2008 foi publicado pelo BIPM um suplemento ao GUM onde é apresentada esta metodologia como uma alternativa prática ao modelo de avaliação de incertezas proposto pelo GUM [JCGM 101, 2008; Ribeiro, 2007].

Esta alternativa tem revelado potencial na resolução de alguns problemas de natureza metrológica que são tratados de uma forma aproximada pelo GUM, assim como apresenta potencial de resolução de sistemas metrológicos cujos modelos sejam não diferenciáveis, sejam fortemente não-lineares ou onde as distribuições sejam fortemente não-normais [Eurolab, 2007].

Existem no entanto factores determinantes para o sucesso da aplicação do MMC, a qualidade do algoritmo gerador de números pseudo-aleatórios, a adequação das funções e algoritmos que promovem a conversão de distribuição de probabilidade, a capacidade do algoritmo de ordenação das sequências e a dimensão da sequência de saída gerada face às exigências da exactidão requerida [JCGM 101, 2008; Ribeiro, 2007], sendo que uma má opção ou gestão destes factores poderá condicionar os objectivos pretendidos.

O suplemento 1 do GUM recentemente publicado especifica a aplicação da MMC para obter uma estimativa numérica  $y$  de  $Y$  assim como a incerteza padrão associada a  $y$ , onde os cálculos são baseados na determinação numérica da função densidade de probabilidade de  $Y$  [Elster *et. al.*, 2007; JCGM 101, 2008].

O MMC aplicado neste âmbito envolve 3 etapas, as duas primeiras (estabelecimento da relação funcional e identificação das distribuições de probabilidade associadas às grandezas de entrada) são idênticas à metodologia do GUM. A terceira etapa recorre à simulação numérica, como via de combinação da informação de entrada para a obtenção da informação de saída.

Analogamente à metodologia GUM apresentada, é também apresentado um procedimento genérico para a utilização da MMC na avaliação de incertezas de medição que envolve catorze passos [Ribeiro, 2007].

- i. Expressão, em termos matemáticos, da dependência funcional da mensuranda  $Y$ , em função das grandezas de entrada  $X_i$ ;

- ii. Identificação das distribuições de probabilidade e respectivos parâmetros associados a cada grandeza de entrada considerada,  $X_i$ ;
- iii. Selecção do gerador de números pseudo-aleatórios (NPA) adequado ao MMC;
- iv. Geração de sequências de números pseudo-aleatórios, com distribuição de probabilidade uniforme no intervalo  $[0,1]$ , para cada uma das grandezas de entrada que integram a relação funcional;
- v. Ordenação das sequências associadas a cada grandeza de entrada utilizando um algoritmo adequado;
- vi. Verificação da adequação das sequências relativamente às características da função densidade de probabilidade pretendida, usando ferramentas estatísticas;
- vii. Selecção de metodologias de conversão de distribuições de probabilidade adequadas às características das variáveis aleatórias associadas a cada grandeza de entrada;
- viii. Conversão das sequências numéricas obtidas, noutras sequências, cujas distribuições de probabilidade e respectivos limites das funções adoptadas sejam representativas do comportamento probabilístico das grandezas de entrada;
- ix. Combinação dos valores das diferentes sequências numéricas associadas às grandezas de entrada, de acordo com a relação funcional específica de representação da medição, para se obterem sequências numéricas de valores de saída da mensuranda e, consequentemente, da sua distribuição de probabilidade;
- x. Determinação do valor mais provável da mensuranda recorrendo a estimadores de natureza estatística (valor médio, mediana, ...) e à amostra de valores obtidos;
- xi. Ordenação da sequência de valores da mensuranda, estabelecendo uma relação entre os valores numéricos e os percentis da função distribuição de probabilidade empírica dentro de um intervalo de confiança pretendido;
- xii. Determinação, do intervalo de confiança dos percentis a utilizar como elemento de avaliação do critério de exactidão;
- xiii. Determinação da exactidão requerida e comparação com a exactidão dos percentis resultantes da simulação, verificando a concordância com o critério de aceitação (ou repetir de forma iterativa o procedimento, incrementando a dimensão de números pseudo-aleatórios, até se cumprir o critério de exactidão);

- xiv. Expressão do resultado da simulação através do estimador da mensuranda e do respectivo intervalo de incerteza expandida.

A Figura 3.7 apresenta um diagrama ilustrativo do algoritmo de avaliação e cálculo da incerteza da medição utilizando a metodologia do MMC de acordo com os pontos enunciados em cima [Ribeiro, 2007].

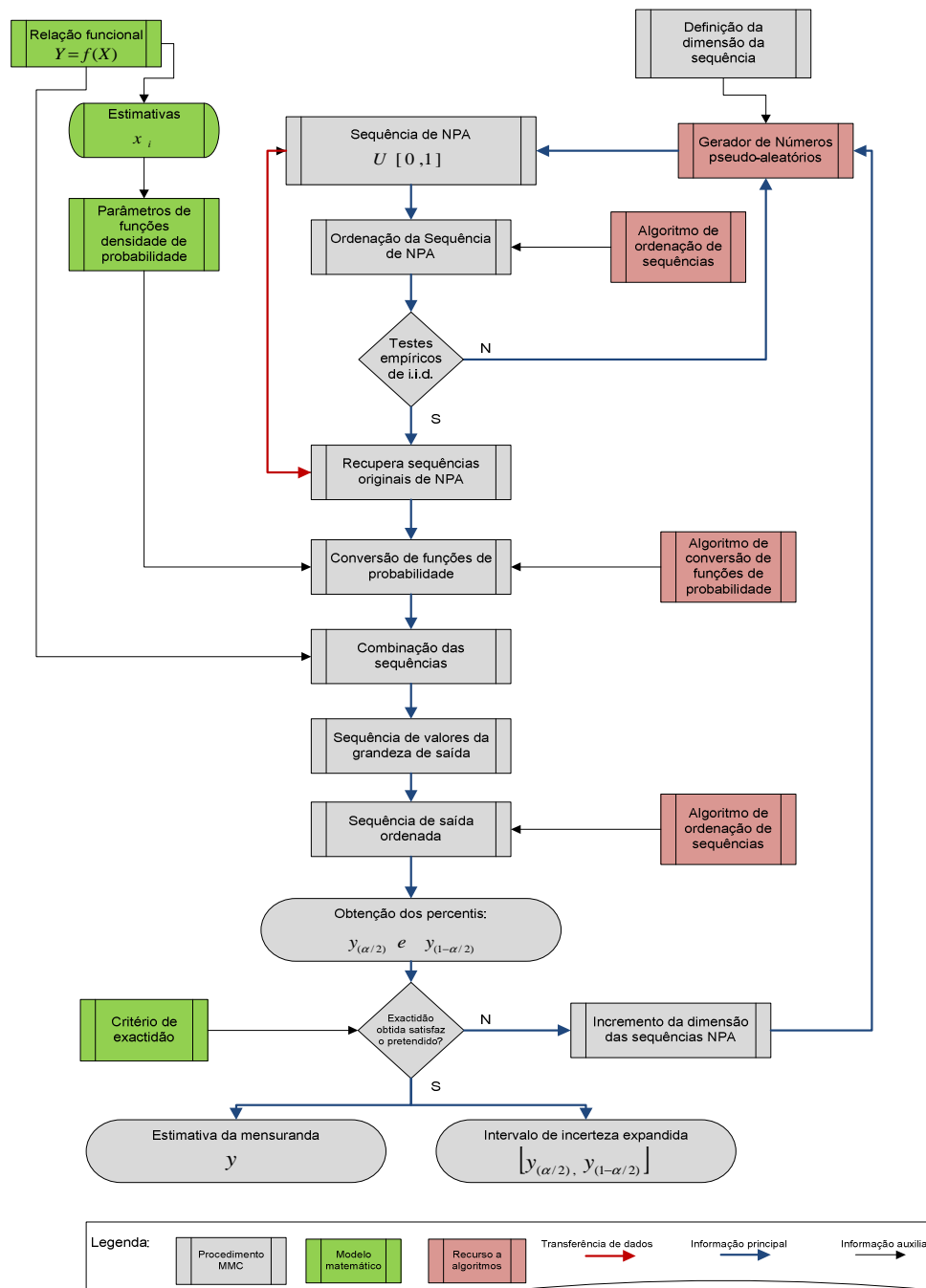


Figura 3.7 – Procedimento de avaliação da incerteza de medição segundo a metodologia MMC [adaptado: Ribeiro, 2007]

### 3.3 COMPARAÇÃO DAS METODOLOGIAS DE CÁLCULO DE INCERTEZAS GUM E MMC

A metodologia GUM tem algumas vantagens, uma vez que simplifica a metodologia de avaliação de incertezas de medição face a metodologias analíticas, muitas vezes incomportáveis na sua aplicação prática. Esta metodologia aplica-se com bastante sucesso em vários domínios (científicos e industriais), é largamente difundida e aceite, cumprindo em geral com a finalidade para a qual foi desenvolvida. Permite ainda a uniformização dos procedimentos e cálculos de incertezas entre os demais laboratórios.

No entanto, a metodologia GUM apresenta algumas limitações, que resultam essencialmente de aproximações que utiliza. As incertezas *tipo A* – frequencista e *tipo B* – bayesiana assentam em pressupostos distintos. A determinação dos intervalos de confiança e o número de graus de liberdade são formas aproximadas e apresentam também perspectivas de análise distintas. A necessidade de para incertezas do *tipo A*, obter uma representatividade da amostra, o facto de se assumir que a distribuição da grandeza de saída apresenta sempre distribuição normal poderá ser questionada, poderem ser aplicados critérios subjectivos como: experiência, bom senso, conhecimentos gerais, aplicados em algumas etapas onde os resultados dependem desses critérios, traduz-se numa limitação da mesma metodologia [Ribeiro, 2007].

Em relação à metodologia MMC, que procura de alguma forma ser alternativa às limitações da metodologia GUM, esta revela bastante potencial, uma vez que não existem constrangimentos relativamente à formulação matemática pois é aplicada directamente, no caso de existirem distribuições não-simétricas das grandezas de entrada são reflectidas nas grandezas de saída, não necessita de cálculos intermédios como derivadas parciais. Como resultado é produzida uma sequência de valores que podem ser interpretados como uma função densidade de probabilidade para a qual se podem determinar vários estimadores (média, mediana, ...) e a sua expansão não depende do número de graus de liberdade [Elster *et. al.* 2007; Ribeiro, 2007].

A metodologia MMC apresenta também limitações, sendo necessárias ferramentas computacionais elaboradas, ao contrário do GUM onde vulgares folhas de cálculo são suficientes. O recurso a linguagens de programação adequadas, geradores de NPA, rotinas de conversão de funções, de ordenação de sequências, que apesar de estarem disponíveis, poderão ser consideradas limitações na óptica do utilizador [Ribeiro, 2007]. Poderão ainda surgir limitações na aplicação da MMC em termos de tempo de operação relativamente à obtenção de resultados para problemas cuja exactidão requerida seja significativamente elevada.

## 4 DESENVOLVIMENTO DE SISTEMAS DE MEDIÇÃO

Um sistema de medição é definido como o conjunto de um ou mais instrumentos de medição, incluindo outros dispositivos associados e adaptados para fornecer informação para gerar valores medidos dentro de intervalos específicos para grandezas de uma determinada natureza [VIM, 2008].

O processo de “medição” tem um papel central no contexto da metrologia, o qual apresenta vários estágios: o estágio sensorial onde ocorre a interacção entre o sistema de medição e a mensuranda, o estágio de condicionamento onde os sinais provenientes dos sensores são integrados de forma a serem processados, e finalmente, o estágio de registo e indicação onde são armazenados e é feita de uma forma acessível a interface com o observador [Ribeiro, 2007].

O processo de medição encontra-se ainda suportado em quatro elementos chave, a “mensuranda”, o “princípio de medição” o “método de medição” e a “instrumentação” [Ribeiro, 2007].

A interligação dos elementos associados ao processo de medição pressupõe ainda a “definição do conhecimento” que se pretende obter, a consulta do “estado da arte” e conhecimento existente sobre a sustentabilidade da realização da medição, o estabelecimento de uma “lista de atributos” e uma “fronteira do sistema” relevantes para o processo em causa, a definição do modelo de “combinação de mensurandas” com base na descrição do sistema observável, seguindo-se a “definição das mensurandas” e a selecção de instrumentação adequada para o efeito pretendido [Ribeiro, 2007].

No âmbito deste trabalho foi desenvolvido um sistema de medição aplicado à metrologia de gases. Este sistema de medição tem os seus antecedentes em trabalhos preliminares de desenvolvimento de instrumentação (hardware e software), de procedimentos de medida e de modelização [Oliveira e Cepêda, 2006; Ferreira, 2008; Matos, 1995; entre outros] dos quais resultaram as primeiras versões do referido sistema de medição que incluía um conjunto de funcionalidades, tais como medida de caudais de gases, de diluição dinâmica de gases e vapores e medição de gases em misturas.

Este capítulo apresenta a configuração actual do sistema de medição desenvolvido, nomeadamente, os sensores de medida utilizados, os dispositivos de regulação, a configuração da estrutura de suporte, funcionalidades e o sistema de controlo e aquisição de dados.



A pesquisa de sensores e componentes foi orientada para dispositivos de medida específicos disponíveis no mercado com baixo nível de integração ou seja orientados para aplicações tecnicamente designadas de Original Equipment Manufacturers (aplicações OEM) e portanto, de baixo custo [Ferreira, 2008; Matos e Ferreira, 2009].

Este tipo de dispositivos em conjunto com as tecnologias de aquisição de dados e controlo automático de sistemas que se encontram disponíveis no mercado, permitiram a concepção na íntegra do sistema de medição tendo em conta os objectivos propostos, não obstante o facto de serem imprescindíveis as ferramentas, as tecnologias e principalmente o *know-how* existente no laboratório para a sua integração e desenvolvimento.

## **4.1 SISTEMA DE MEDIÇÃO**

### **4.1.1 CONFIGURAÇÃO E MONTAGEM**

A configuração e estrutura do sistema de medição actual, foi efectuada, tendo em conta aspectos como, a facilidade de utilização, a ergonomia, a disposição tridimensional (layout) dos vários componentes, a facilidade de posteriores adaptações, a robustez e também o design. Foi ainda tido em consideração a adequação do sistema pneumático de forma a não comprometer os materiais utilizados (tubo de Teflon, conexões, passaparedes, etc...) assim como, a adequabilidade de entrada e saída de gases. Relativamente ao sistema eléctrico e electrónico, foi estruturado de forma a permitir uma fácil conexão ao sistema de interruptores, indicadores luminosos e transmissão de sinais.

O sistema de medição duas unidades, (a) sistema de diluição de gases que suporta o sistema de regulação e medida de caudais de gases e diluição dinâmica, (b) sistema de medição de gases que suporta os restantes sensores e os dispositivos de controlo e aquisição de dados. O material utilizado na sua construção foi chapa de alumínio de 2mm de espessura. Este material foi ainda usado para suportar os componentes e dispositivos no interior das referidas unidades. Este material foi trabalhado com guilhotinas, ferramentas de perfuração, quinagem, entre outras.

As dimensões aproximadas das caixas de suporte são de 48x40x18 (largura, comprimento e altura, em centímetros).

Esta estrutura suporta no seu interior os vários sensores de medida, todos os componentes do circuito pneumático, as ligações eléctricas e placas de alimentação, interruptores e indicadores e ainda o sistema de transmissão de sinais analógicos.

#### 4.1.2 SISTEMA DE DILUIÇÃO DE GASES

Esta unidade de medição integra um dispositivo de diluição dinâmica de gases, concebido e desenvolvido com o objectivo de fazer diluições controladas de gases e poder ser utilizado para calibração de sistemas de medição de gases. Este dispositivo de medição (Figura 4.1) contempla como principais componentes três medidores de caudal mássico de gás GMFM (Gas Mass Flow Meter) de diferentes gamas de medição GMFM1 ( $0-1 \text{ l}\cdot\text{min}^{-1}$ ), GMFM2 ( $0-5 \text{ l}\cdot\text{min}^{-1}$ ) e GMFM3 ( $0-20 \text{ l}\cdot\text{min}^{-1}$ ), a regulação do caudal de gás é realizada manualmente através de válvulas de agulha (VA).

Este dispositivo inclui também um conjunto de electroválvulas (EV) destinadas a configurar o circuito pneumático de acordo com a função desejada e ainda um vaso de evaporação destinado a preparar misturas gasosas contendo vapores.

A operação é realizada através de um computador dotado de uma placa de controlo e aquisição automática de dados e programação adequada às diferentes funções que o sistema realiza.

O gás proveniente dos GMFM é misturado numa câmara de mistura, a qual possui duas saídas, uma para o sistema de medida a calibrar e uma saída para a exaustão.

Através de um procedimento de balanço mássico (ver modelo de diluição dinâmica no Anexo C) o software apresenta os resultados relativos à composição e ao caudal mássico da mistura.

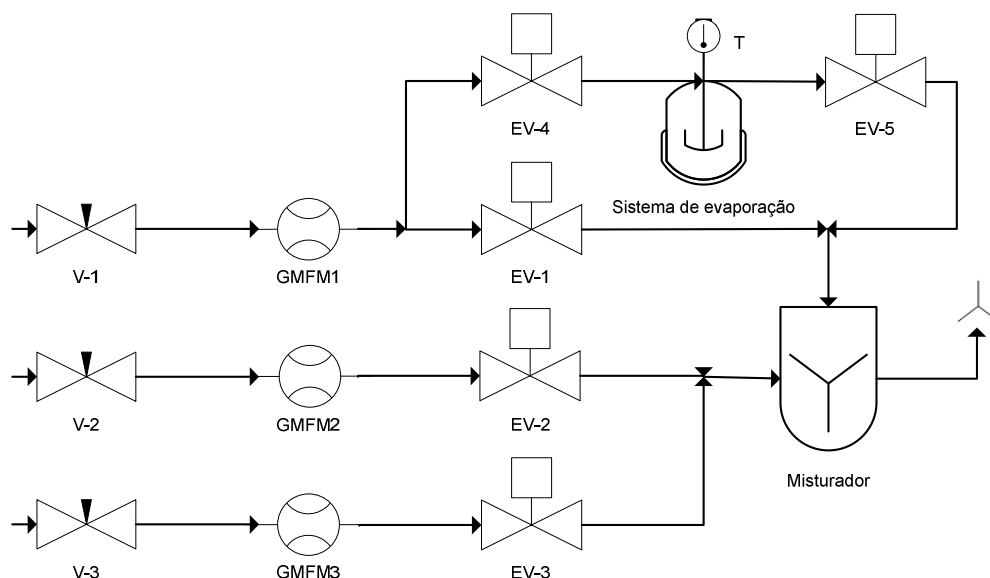


Figura 4.1 – Esquema do circuito pneumático do sistema de diluição

#### 4.1.2.1 SISTEMA DE EVAPORAÇÃO DE SOLUÇÕES AQUOSAS

A preparação de misturas gasosas contendo vapores é geralmente efectuada a partir de uma mistura gasosa a que se junta um caudal de vapor obtido por vaporização de um pequeno caudal de líquido [Wilbring e Schmaeh, 2001].

O processo desenvolvido no âmbito deste trabalho faz uso de um difusor de gás num vaso fechado concebido para evaporação de soluções aquosas associado ao sistema de diluição de gases como ilustra a Figura 4.2.

O princípio de funcionamento consiste na introdução de um caudal de gás de arraste conhecido através de um difusor de aço inox sinterizado colocado no fundo do vaso, onde são geradas micro-bolhas [Devatine e Peuchot, 2009], que sobem através da solução aquosa arrastando os componentes da solução introduzida no vaso [Ferreira, 2008].

A determinação da composição da mistura gasosa assim preparada, assenta no pressuposto da existência de equilíbrio entre o conteúdo de vapor de gás de arraste, a composição e a temperatura do líquido. Estas relações de equilíbrio estão tabeladas geralmente sob a forma de pressão de vapor de saturação em função da temperatura e do líquido a evaporar [Perry e Green, 1984].

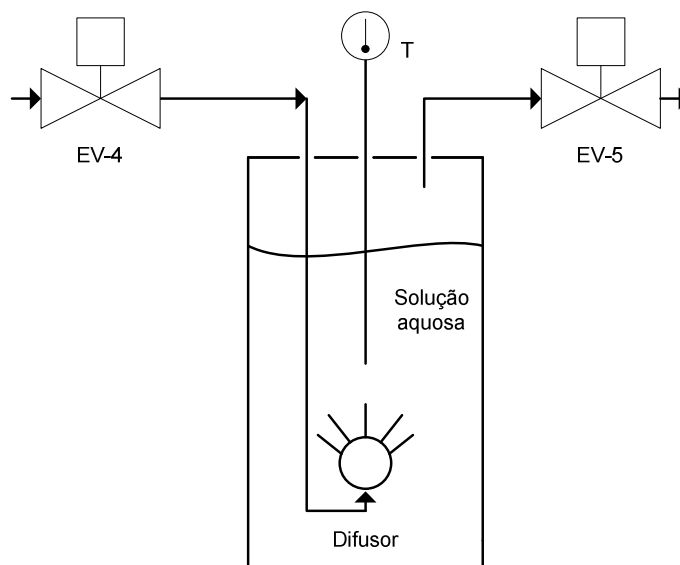


Figura 4.2 – Vaso de preparação de misturas gasosas contendo vapores

#### 4.1.3 SISTEMA PNEUMÁTICO

O sistema pneumático respeite ao conjunto de componentes através dos quais circulam os gases, nomeadamente: “passa-paredes”, ligações rápidas macho-tubo, válvulas de agulha para regulação de caudal (VA), ligações tubo-tubo em T e L, electro-válvulas (EV), vaso de retenção de condensados, redutores de pressão em linha e um *venturi* para aspiração de caudal. A tubagem utilizada foi Teflon de 6 mm de diâmetro interno.

Foi verificado a adequação e bom funcionamento de cada componente, foram efectuados testes e ajustes ao caudal de aspiração e foram efectuados testes às fugas nos sistemas pneumáticos, com recurso a um ou mais procedimentos em simultâneo, utilização de líquido detector de fugas, azoto despressurizado introduzido no início da linha de amostragem, ou por comparação com um gás traçador introduzido no início e no final de linha de amostragem.

#### 4.1.4 SISTEMA DE MEDIÇÃO DE GASES

O sistema de medição de gases é um equipamento desenvolvido para analisar a fracção gasosa produzida num processo biológico aeróbio de tratamento de resíduos biodegradáveis, mas poderá ter outras aplicações.

Este sistema de medição inclui sete sensores de temperatura (do tipo termopar), circuito de junção fria (CJC), um sensor de pressão absoluta, um sensor de humidade relativa (polímero sensor de humidade relativa) e temperatura (Pt100), um sensor de oxigénio (sonda de zircónio), um sensor de oxigénio (célula electroquímica), um sensor de dióxido de carbono (NDIR) e um sensor de amónia (por semicondutores de estado sólido).

Este sistema de medição possui ainda um complexo sistema pneumático (Figura 4.3), uma entrada para a amostra, uma entrada de ar zero, uma entrada de span<sup>7</sup>, a possibilidade de ler a pressão atmosférica ou a pressão absoluta na linha de amostragem, controladas através de um conjunto de electro-válvulas. O sistema de aspiração é composto por uma electro-válvula, um regulador de pressão na linha, um *venturi*, um regulador de caudal e uma saída para a exaustão.

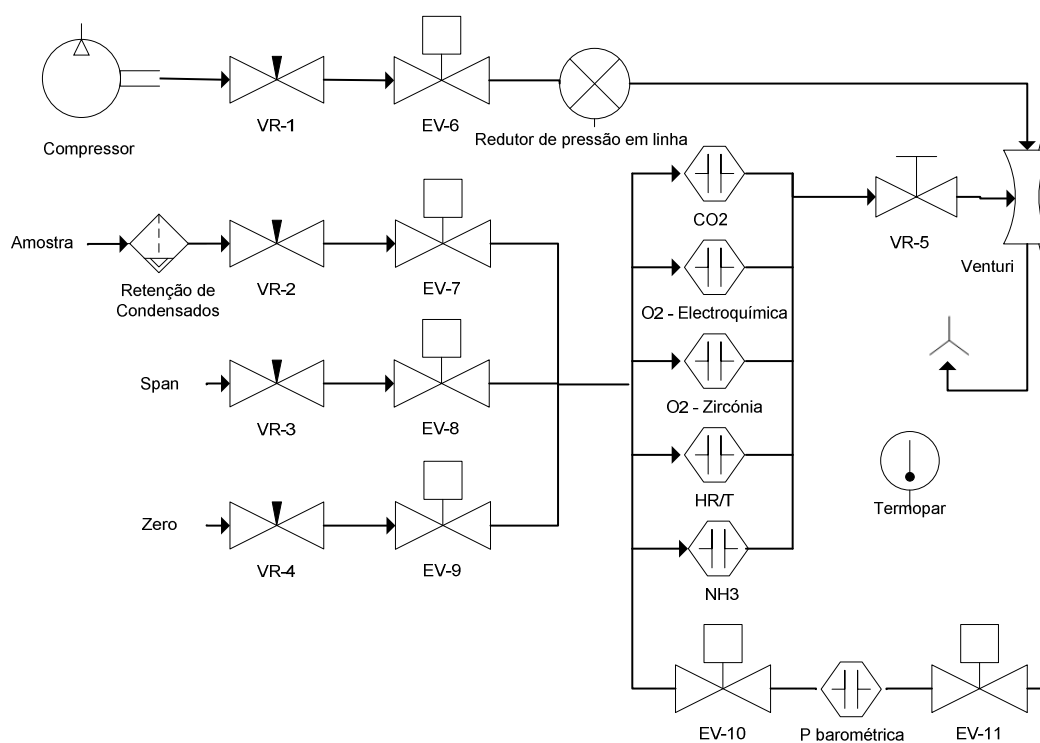


Figura 4.3 – Esquema do circuito pneumático do sistema de medição de gases

<sup>7</sup> Designação atribuída ao gás padrão, normalmente contido em garrafas com alta pressão, que é utilizado para verificação ou calibração de sensores e sistemas de medição de gases.

#### 4.1.5 ILUSTRAÇÃO DO SISTEMA DE MEDIÇÃO



Figura 4.4 – Vista frontal do sistema de medição

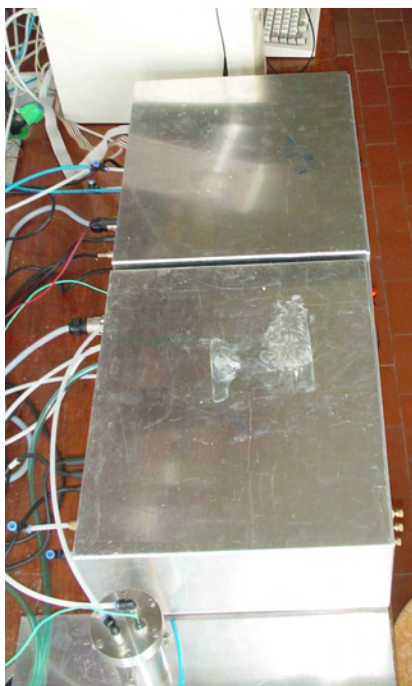


Figura 4.5 – Vista superior do sistema de medição

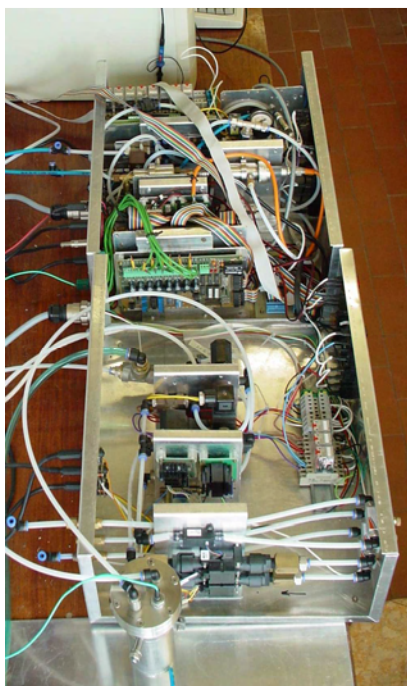


Figura 4.6 – Vista interior do sistema de medição



Figura 4.7 – Sistema de evaporação de soluções aquosas

## 4.2 OPERAÇÃO DO SISTEMA DE MEDIÇÃO

O controlo e operação do sistema de medição, é efectuado a partir de uma placa de controlo e aquisição automática de dados que programada com software apropriado que opera o sistema eléctrico e electrónico (hardware).

O sistema é ligado à corrente eléctrica de 220 VAC, possuem um conjunto de interruptores para ligar/desligar os vários módulos de funcionamento e possuem um conjunto de indicadores luminosos de forma a sinalizar os componentes e configurações que estão em serviço.

Os vários sensores são ligados através de placas de alimentação de acordo com as especificações dos fabricantes de cada sensor.

### 4.2.1 HARDWARE

A operação do sistema de medição é efectuada através de um computador pessoal que possui uma placa de aquisição de dados da marca Advantech, modelo PCL818, com uma resolução de conversão analógico-digital (ADC) de 12 bits, 8 canais de entrada analógica (8 ADC diferenciais) e 16 bits de saída digital (sob a forma de 2 portas de 8 bits OD).

A referida placa de aquisição articula-se através de “flat-cables” com “daughter boards”. A “daughter board” FOAM 17 é uma placa de multiplexagem de 12 entradas analógicas em 6, suporta as ligações físicas aos sensores, veiculando as respectivas respostas para o computador (em tensão, entre -10 a +10VDC). Em alguns casos, essas ligações não são directas aos sensores, necessitando da interposição de circuitos de multiplexagem como sucede no caso dos termopares (Placa Advantech, modelo 779, de multiplexagem de 8 em 1 e amplificação) ou de amplificação como sucede no caso dos sensores de oxigénio.

A saída digital (sob a forma de 2 portas de 8 bits) é usada para operar e controlar o funcionamento do hardware, a selecção do termopar de medida é efectuada através de um byte de 4 bits da saída digital OD (Placa Advantech, modelo PCLD779), a selecção da entrada analógica (FOAM17), a selecção e a operação do circuito de relés (Placa Advantech, modelo PCLD786) de comando do circuito do gás e sistema pneumático (sistema de diluição e sistema de monitorização de gases) [Ferreira, 2008].

#### 4.2.2 SOFTWARE

A operação do sistema de medição inclui um vasto conjunto de operações tais como: o controlo do sistema pneumático do circuito de gás, a selecção do termopar de medida, a leitura dos vários sensores, as funções de calibração, entre outras.

Para este efeito é utilizado um programa NUNCAL (interface principal apresentado na Figura 4.8), o qual é uma actualização da versão anterior VIVCAL [Ferreira, 2008], desenvolvida no âmbito das aplicações do laboratório em que este trabalho se insere. Este programa permite fazer o controlo do sistema de diluição e sistema de medição de gases, assim como, fazer a aquisição automática de dados.

Esta programação é aplicável à placa de aquisição automática de dados referida e foi desenvolvida em linguagem QuickBasic v4.5, para DOS. No Anexo E são apresentadas as funcionalidades do programa NUNCAL.

```
"X – Fim de alterações "  
"      *** FUNCOES BASICAS ***      "  
"A – Inicialização da TEMPERATURA (CJC) e PRESSAO ATMOSFERICA "  
"B – Leitura da TEMPERATURA "  
"C – Leitura da CONCENTRACAO GASOSA "  
"D – Leitura da CONCENTRACAO esperada de GÁS ou VAPOR numa MISTURA GASOSA "  
"E – Leitura do CAUDAL MISTURA GASOSA em caudalímetros "  
"      *** FUNCOES DE ENSAIO ***      "  
"G – Ensaio de evaporação "  
"      *** FUNCOES DE CALIBRACAO ***      "  
"K – Calibração de sensores de pressão "  
"L – Calibração de analisadores de gás "  
"N – Calibração simples de caudalímetros "  
"O – Calibração dinâmica de sensores de gás "  
"P – Calibração dinâmica de sensores de vapor "  
"Q – Calibração dinâmica de sensores de caudalímetros "  
"      *** FUNCOES DE CONTROLO DO SISTEMA REACCIONAL COMPOSTAGEM ***      "  
"V – Selecciona COMP "
```

Figura 4.8 – Menu principal do programa de operação, controlo e aquisição automática de dados NUNCAL



## 5 TESTES METROLÓGICOS E CALIBRAÇÃO DE SENSORES

A necessidade da presença de sistemas de medição como elementos integrados nos processos de medição resulta numa realidade de “imperfeição”. Esta realidade como foi dito anteriormente resulta de factores com diferentes origens:

- ✓ diversidade de sistemas e instrumentos de medição;
- ✓ comportamento diferenciado dos sistemas de medição;
- ✓ limitações intrínsecas dos modelos e sistemas de medição;
- ✓ limitações associadas às propriedades específicas dos materiais;
- ✓ degradação natural dos materiais e equipamentos.

Uma vez que estes factores são considerados inquestionáveis, surge a necessidade de avaliar as suas limitações, visando minimizar os efeitos perturbadores no processo de medição [Ribeiro, 2007].

A forma mais usual de avaliação é através da caracterização metrológica dos sistemas de medição, com recurso a calibrações. As calibrações são a forma mais expedita para avaliar o desempenho das características dos sistemas de medição, assim como avaliar o grau exactidão, permitem determinar a incerteza de medição e consequentemente, a confiança dos resultados obtidos, permitem ainda estabelecer ligações a cadeias de rastreabilidade a padrões de referência nacionais e internacionais.

Neste capítulo são apresentados os princípios de medição, os procedimentos de calibração e os resultados da calibração para vários sensores que integram o sistema de medição apresentado no capítulo anterior.

As calibrações foram efectuadas, na medida do possível, de acordo com procedimentos publicados, fazendo uso de equipamentos padrão com incertezas conhecidas e garantias de ligação a cadeias de rastreabilidade nacionais e internacionais. As incertezas foram estimadas de acordo com a metodologia GUM descrita no capítulo 3.

## 5.1 CALIBRAÇÃO DO SENSOR DE TEMPERATURA, TERMOPAR

### 5.1.1 PRINCÍPIO DE MEDIÇÃO

Uma das técnicas mais utilizadas para a medição da temperatura baseia-se na utilização de termopares, devido ao seu vasto campo de aplicação, versatilidade e ainda devido ao facto de disponibilizarem um sinal eléctrico que pode ser facilmente medido [Restivo *et. al.*, 2008].

Um termopar consiste em dois condutores metálicos que formam um circuito aberto contendo duas junções, junção de medição e junção de referência, que quando se encontram a temperaturas diferentes geram no circuito uma força electromotriz (f.e.m.) de origem térmica, designado efeito de Seebeck [EURAMET, 2007; Restivo *et. al.*, 2008].

Quando uma das junções é mantida a uma temperatura constante e conhecida, o valor da temperatura da outra junção poderá ser calculada através da medição da f.e.m. gerada pelo termopar e com recurso a tabelas correspondentes [International Standard Thermocouple Tables for Nickel-chromium/Nickel-aluminium – Reference Junction at 0°C]. A f.e.m. gerada por um termopar, é função da composição dos metais, da temperatura da junção de referência (ou junção fria) e da temperatura da junção de medição (ou junção quente). Um termopar permite portanto, a medição diferencial de temperaturas.

Neste projecto foi usado um termopar embainhado da marca Thermocoax modelo TKI 15x10 (diâmetro de 1,5 mm e 10 cm de comprimento). Trata-se de um termopar do tipo K (liga de cromel-alumel) que tem uma gama de medição de temperaturas entre -200°C e +1000°C.

O termopar tipo K é o único que para uma gama entre 0°C e 1000°C, apresenta uma sensibilidade (coeficiente de Seebeck) aproximadamente linear da f.e.m. em função da temperatura.

A relação entre a f.e.m. e a temperatura foi estabelecida por uma função arbitrária no âmbito das aplicações de aquisição de dados que suportam também este trabalho [Matos, 1995]. O termopar de medida encontra-se ligado a uma placa de multiplexagem de termopares (8 para 1) dotada de isolamento galvânico (placa Advantech, modelo PCLD779), dotada de amplificação que, para a presente aplicação (temperaturas próximas da temperatura ambiente), foi fixado em 1000. A referida placa suporta ainda, um circuito de compensação de temperatura de referência denominado de Cold Junction

Compensation (CJC) que gera um sinal de +24,4 mV/°C com 0 mV a 0 °C [Ferreira, 2008; Matos, 1995; PCLD – 779, 1992].

### 5.1.2 PROCEDIMENTO DE CALIBRAÇÃO

As metodologias mais utilizadas na calibração de termopares são: o método de pontos fixos (pontos de fusão, solidificação ou pontos triplos de substâncias quimicamente puras), o método da comparação com sensores padrão de referência (com rastreabilidade a padrões nacionais ou internacionais) em banhos termo-estabilizados e/ou fornos adequados para o efeito ou ainda, a combinação de ambos os métodos [Castanho *et. al.*, 2003; EURAMET, 2007].

O procedimento seguinte apresenta o conjunto de passos efectuados na avaliação da cadeia de medida [Matos, 1995] e na calibração deste termopar, através do método da comparação com sensores de temperatura padrão num banho termo estabilizado.

a) Temperatura da junção de referência

- i. Ligar o sistema de medição e esperar um tempo de aquecimento mínimo de 30 minutos;
- ii. Configurar a placa PCLD – 779 de acordo com o manual de utilização;
- iii. Iniciar o programa NUNCAL e executar a opção A;
- iv. Colocar um termómetro padrão junto do sensor de temperatura do CJC da placa PCLD – 779;
- v. Calcular a f.e.m. esperada [volt] no CJC através da equação, tendo em conta a temperatura indicada pelo termómetro padrão,  $T_p$ ;

$$V_t [mV] = (24,4mV/^{\circ}C) T_p [mV] \quad (\text{Eq.5.1})$$

- vi. Confirmar o valor da f.e.m. com um multímetro;
- vii. Se forem observadas diferenças significativas, ajustar o sinal de saída tendo em conta o valor de  $V_t$ , de acordo com o manual de utilização da placa PCLD – 779;

b) Temperatura da junção de medição

- viii. Utilizar um banho termo estabilizado e termómetros padrão de acordo com o esquema apresentado na Figura 5.1;

- ix. Registrar o valor da  $T_p$  e o valor da temperatura do CJC dada pelo computador;
- x. Medir a f.e.m. [volt] do CJC,  $V_{CJC}$ ;
- xi. Calcular a temperatura de referência, tendo em conta as especificações da placa PCLD – 779 (24,4 mV/°C e 0 mV @ 0 °C) através da equação,

$$T_{Ref} [K] = 40,9836 V_{CJC} + 273,15 \quad [volt] \quad (\text{Eq. 5.2})$$

- xii. Calcular a f.e.m.  $V_{Ref}$  [mV] gerada pela junção de referência do termopar à temperatura  $T_{Ref}$  de acordo com a equação,

$$V_{Ref} [mV] = a_0 + a_1 T_{Ref} + a_2 \left( \frac{1}{T_{Ref}} \right) + a_3 T_{Ref}^2 + a_4 \left( \frac{1}{T_{Ref}} \right)^2 \quad [K] \quad (\text{Eq. 5.3})$$

com os parâmetros de regressão dados pela Tabela 5.1.

Tabela 5.1 – Coeficientes da equação de regressão da f.e.m. em função da temperatura para um termopar de tipo K com junção de referência a 0 °C [Matos, 1995]

$a_0$	$a_1$	$a_2$	$a_3$	$a_4$	Gama [K]	$r^2$	n
$2,23846E^{+01}$	$-3,15182E^{-02}$	$-7,18950E^{+03}$	$6,07911E^{-05}$	$5,97601E^{+05}$	268 a 343	1,00000	76

- xiii. Medir a f.e.m. do circuito de medição,  $V_{CMed}$ , [volt] do termopar tendo em conta o respectivo ganho do circuito amplificador e calcular a f.e.m. gerada pelo termopar através da equação,

$$V_{Med} [mV] = \frac{V_{CMed} 1000}{Ganho} \quad [volt] \quad (\text{Eq. 5.4})$$

- xiv. Calcular da f.e.m. do termopar,  $V_T$ , [mV] com junção de referência a 0 °C de acordo com a equação,

$$V_T [mV] = V_{Med} [mV] + V_{Ref} [mV] \quad (\text{Eq. 5.5})$$

- xv. Calcular a temperatura de medição do termopar, de acordo com a equação,

$$T_{Med} [K] = a_0 + a_1 V_T + a_2 \left( \frac{1}{V_T} \right) + a_3 V_T^2 + a_4 \left( \frac{1}{V_T} \right)^2 \quad [mV] \quad (\text{Eq. 5.6})$$

com os parâmetros de regressão dados pela Tabela 5.2,

Tabela 5.2 – Coeficientes da equação de regressão da temperatura em função da f.e.m para um termopar de tipo K com junção de referência a 0 °C [Matos, 1995]

$a_0$	$a_1$	$a_2$	$a_3$	$a_4$	Gama [mV]	Gama [K]	$r^2$	n
$2,7315E^{+02}$	$2,5641E^{+01}$	-	-	-	-0,039 a 0,039	-272 a 274	1,0000	3
$2,7317E^{+02}$	$2,5185E^{+01}$	$1,3593E^{-03}$	$-2,2848E^{-01}$	$-4,5830E^{-05}$	-0,585 a 2,850	-268 a 343 <sup>(*)</sup>	1,0000	75

(\*) Excepto de -272 a 274 K.

- xvi. Registrar o valor da temperatura do termopar dada pela opção B do programa NUNCAL;
- xvii. Registrar o valor da temperatura dos termómetros padrão de referência junto ao termopar;
- xviii. Repetir este procedimento para os vários patamares (pontos de calibração) de temperatura<sup>8</sup>.

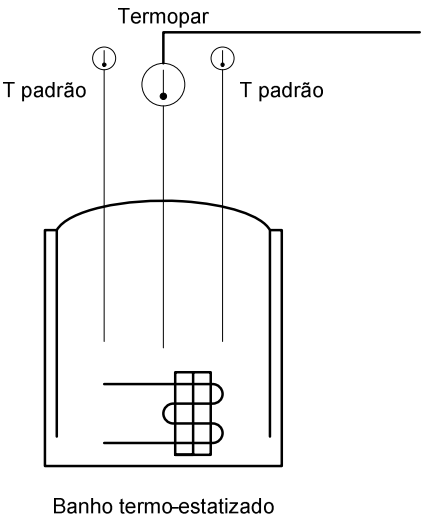


Figura 5.1 – Esquema da calibração do termopar pelo método de comparação

<sup>8</sup> Durante a calibração é recomendada a medição da temperatura do CJC para cada patamar de calibração.

### 5.1.3 RESULTADOS DA CALIBRAÇÃO

A calibração do termopar (Termocoax, TKI 15x10) foi efectuada para o ponto de 273 K<sup>9</sup> aproximadamente, com recurso a uma solução de gelo fundente em água destilada, e para cinco patamares de temperatura com recurso a um banho termo-estabilizado.

Os equipamentos padrão utilizados que permitiram garantir a ligação à cadeia de rastreabilidade foram: um termo-higrómetro (IPAC - M003) com EMA de 0,5 K, dois termómetros de imersão (ALLA France) com EMA de 1 K e multímetro (IPAC - M0003).

Os resultados obtidos tendo em conta toda a cadeia de medida encontram-se no Anexo D. A Tabela 5.3 e Figura 5.2. apresentam os resultados e incertezas da calibração efectuada.

Tabela 5.3 – Resultados da calibração do termopar (20-08-2009)

Temperatura Padrão [K]	Temperatura do Termopar [K]	Erro [K]	Incerteza <sup>10</sup> [K]
273,2	273,0	-0,1	0,6
283,9	283,8	-0,1	1,2
293,1	292,9	-0,3	1,2
305,2	305,3	0,1	1,2
315,2	315,2	-0,1	1,2
324,3	324,1	-0,3	<b>1,2</b>

<sup>9</sup> O grau Celsius é um exemplo de uma unidade derivada, assume o símbolo °C, devido à escala de temperaturas, é uma prática comum expressar a temperatura termodinâmica em termos da diferença da temperatura de referência  $T_0 = 273,15\text{ K}$ . Esta diferença de temperatura é chamada temperatura em Celsius, com o símbolo  $t$ , definida como  $t = T - T_0$ , ou seja,  $t(^{\circ}\text{C}) = T(\text{K}) - 273,15$  [BIPM, 2006].

<sup>10</sup> “A incerteza expandida apresentada foi estimada de acordo com a metodologia descrita no documento EA-4/02, a partir das componentes da incerteza do padrão, do operador e das características do equipamento calibrado (repetibilidade e resolução). A incerteza expandida está expressa pela incerteza padrão multiplicada por um factor de expansão  $k=2$ , que para uma distribuição Normal corresponde a um intervalo de confiança de aproximadamente 95%”.

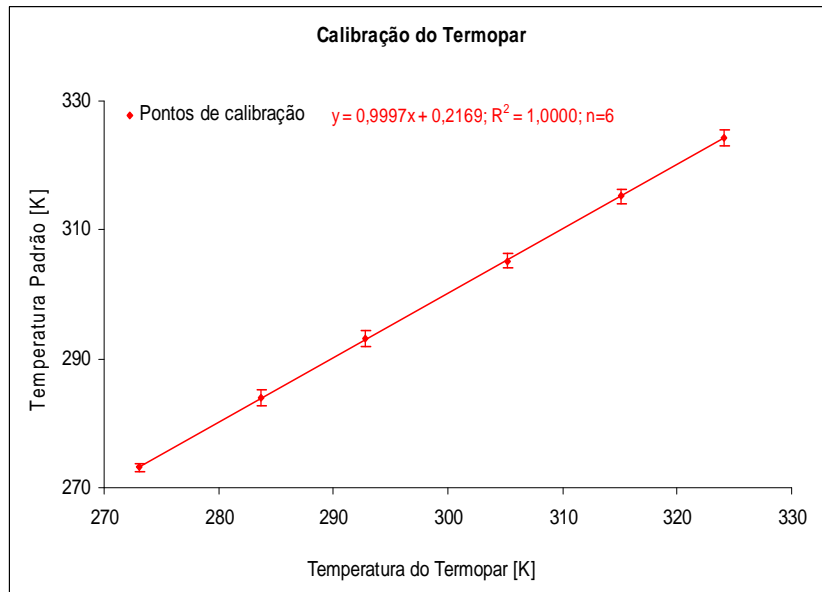


Figura 5.2 – Resultados da calibração do termopar

A Tabela 5.4 apresenta um exemplo do balanço da incerteza expandida de calibração para um patamar de calibração (324 K), para os outros patamares foi usada a mesma metodologia e mesmas fontes de incerteza.

Tabela 5.4 – Balanço da incerteza da calibração do termopar no patamar de 324 K

Fontes de Incerteza ( $X_i$ )	Estimativas ( $x_i$ )	Incertezas padrão ( $u(x_i)$ )	Coefficientes de sensibilidade ( $c_i$ )	Incerteza padrão parcial ( $u_i(y)$ )	Graus de liberdade ( $v_i$ )
Padrão	1,0 [K]	0,58	1	0,58	50
Operador	0,2 [K]	0,12	1	0,12	500000
Resolução	0,05 [K]	0,03	1	0,03	500000
Desvio Padrão	0,0 [K]	0,0	1	0,0	2
Incerteza padrão da medição ( $u(y)$ )				0,59	
$Y$	$y$	Graus de liberdade efectivos ( $v_{eff}$ )		54	
		Factor de expansão ( $k$ )		2,05	
		Incerteza expandida de medição ( $U$ )		1,2	
		$Y = y \pm U$			

## 5.2 CALIBRAÇÃO DO SENSOR DE PRESSÃO BAROMÉTRICA

### 5.2.1 PRINCÍPIO DE MEDIÇÃO

No âmbito deste trabalho foi utilizado um sensor de pressão barométrica “Pressure Module” modelo “PMB100”, número de série Z2540001 fabricado por Vaisala Oyj. O sensor de pressão PMB100 usa um sistema BAROCAP<sup>®</sup> sensor de silicone capacitivo de pressão absoluta, com uma gama de medição entre 800 a 1100 hPa<sup>11</sup> [Vaisala Oyj, 1998]. A incorporação deste tipo de sensores no sistema de medição faz uso das especificações técnicas dadas pelo fabricante.

O sensor de pressão PMB100 necessita de um sensor externo para medição da temperatura, afim de proceder à compensação, para o efeito é usado o valor da temperatura do CJC. O algoritmo utilizado pelo sensor PMB100 para a medição da pressão é descrito nos passos seguintes.

#### a) Lista de coeficientes do modelo de medida (Eq. 5.9)

Tabela 5.5 – Lista de coeficientes do modelo de medida do sensor de pressão PMB100

$T_0$	K	$a_{00}$	$a_{10}$	$a_{20}$	$a_{30}$
$2,3595E^{-01}$	$2,0000E^{+00}$	$-4,2321E^{+03}$	$6,4187E^{+04}$	$-1,7738E^{+03}$	$-1,9193E^{+01}$
$a_{01}$	$a_{02}$	$a_{11}$	$a_{21}$	$a_{31}$	$a_{12}$
$1,5650E^{+03}$	$-1,4892E^{+03}$	$2,3670E^{+03}$	$-5,7018E^{+02}$	$-6,7177E^{+01}$	$-1,7778E^{+02}$

#### b) Parâmetros de medida,

Sinal de saída [volt],  $V_{Out}$

Sinal de referência [volt],  $V_{Ref,P}$ , igual a 2,5 VDC

Temperatura [°C],  $T_m$

<sup>11</sup> 1 hPa = 1 mbar = 100 Pa com Pa ( $m^{-1} \cdot kg \cdot s^{-2}$ )



- c) No cálculo da pressão barométrica é necessário determinar os seguintes parâmetros normalizados, voltagem  $V_n$ , temperatura  $T_n$ , e pressão  $P_n$  através das seguintes equações,

$$V_n = \left( 2 \cdot \frac{V_{out}}{V_{ref,P}} \right) - 1, \quad V_n \in [-1...1] \quad [\text{Eq. 5.7}]$$

$$T_n = \frac{T_m}{128} - T_0, \quad T_n \in [-1...1] \quad [\text{Eq. 5.8}]$$

$$P_n = \begin{bmatrix} a_{00} + a_{10} \cdot V_n + a_{20} \cdot V_n^2 + a_{30} \cdot V_n^3 \\ + a_{01} \cdot T_n + a_{02} \cdot T_n^2 \\ + a_{11} \cdot V_n \cdot T_n + a_{12} \cdot V_n \cdot T_n^2 + a_{21} \cdot V_n^2 \cdot T_n + a_{31} \cdot V_n^3 \cdot T_n \end{bmatrix}, \quad P_n \in [-1...1] \quad [\text{Eq. 5.9}]$$

A pressão barométrica  $P$  [hPa] é dada pela seguinte equação,

$$P = 150 \cdot P_n + 950 \quad [\text{Eq. 5.10}]$$

### 5.2.2 PROCEDIMENTO DE CALIBRAÇÃO

Na calibração do sensor PMB100, foi utilizado o sistema “Calibrador de Pressão”, marca Airflow, modelo KAL 84, o qual permite gerar pressões numa gama -50 hPa a +50 hPa relativamente à pressão de referência, o procedimento de calibração foi o seguinte,

- i. Ligar os sistemas de medida e esperar um tempo de aquecimento mínimo de 30 minutos;
- ii. Iniciar o programa NUNCAL e ler a temperatura do CJC e pressão barométrica através da opção A;
- iii. Avaliar a resposta do sensor PMB100 à pressão atmosférica<sup>12</sup>;
- iv. Ligar o sistema “calibrador de pressão” ao sensor PMB100;

---

<sup>12</sup> Estas leituras foram efectuadas ao longo de alguns dias e comparadas com o valor de pressão barométrica disponibilizada pelo Departamento Física da UA [URL1].

- v. Gerar pressões na gama de 950 a 1050 hPa aproximadamente, de forma ascendente, com intervalos de aproximadamente 5 hPa;
- vi. Para cada patamar de calibração registar os valores do sensor PMB100 e do sistema de calibração;
- vii. Repetir o procedimento de calibração, para as mesmas gamas e mesmos patamares de forma descendente, de 1050 hPa a 950 hPa, de forma a avaliar o erro de histerese.

### 5.2.3 RESULTADOS DA CALIBRAÇÃO

A calibração do sensor de pressão PMB100 foi efectuada para o ponto de referência, ou seja para o ponto de pressão actual no local e momento da calibração, e para pressões padrão geradas na gama de -50 hPa e +50 hPa em relação ao valor de pressão actual.

Os equipamentos utilizados como referências nesta calibração foram: calibrador de pressão (DKD – K – 22101) EMA de 1% do fim de escala, termopar (calibrado em 20-08-2009) com EMA de 1,5 °C e dados da pressão barométrica disponibilizados online pelo Departamento de Física da UA [URL1].

A Tabela 5.6 e Figura 5.3 apresentam os resultados e incertezas expandidas da calibração ascendente. Os resultados obtidos na calibração de forma descendente assim como o erro de histerese verificado encontram-se no Anexo D.

Tabela 5.6 – Resultados da calibração do sensor de pressão PMB100 (24-06-2009)

P Padrão gerada [Pa]	P Padrão + P Referência [Pa]	P PMB100 [Pa]	Erro [Pa]	Incerteza <sup>13</sup> [Pa]
-4998	96424	96463	39	60
-4499	96923	96955	31	60
-3999	97424	97445	21	60
-3502	97920	97931	10	60
-3001	98422	98429	7	60
-2502	98920	98928	7	60
-2002	99421	99417	-4	60
-1502	99921	99908	-13	60
-1000	100422	100402	-21	60
-501	100922	100901	-21	60
-199	101224	101192	-32	60
0	101423	101423	-	-
200	101623	101617	-6	60
501	101924	101918	-6	60
999	102421	102413	-9	60
1499	102921	102908	-13	60
2000	103422	103406	-16	60
2503	103925	103906	-20	60
2997	104420	104398	-22	60
3502	104925	104906	-19	60
3999	105421	105392	-29	60
4499	105922	105896	-26	60
4997	106420	106391	-29	<b>60</b>

<sup>13</sup> “A incerteza expandida apresentada foi estimada de acordo com a metodologia descrita no documento EA-4/02, a partir das componentes da incerteza do padrão e das características do equipamento calibrado (repetibilidade e resolução). A incerteza expandida está expressa pela incerteza padrão multiplicada por um factor de expansão  $k=2$ , que para uma distribuição Normal corresponde a um intervalo de confiança de aproximadamente 95%”.

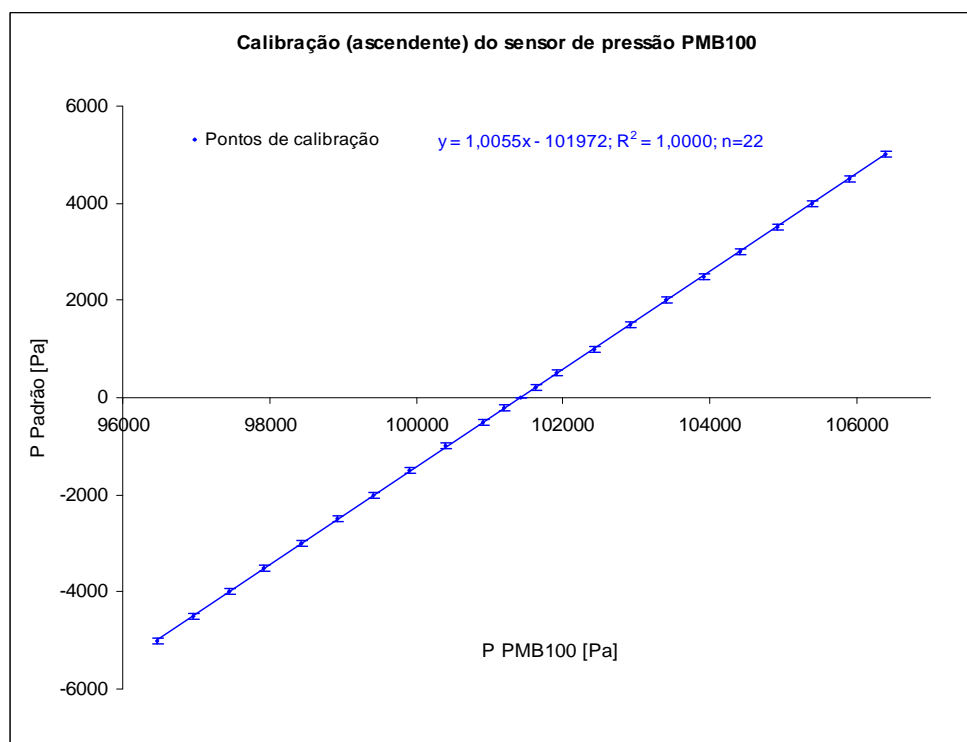


Figura 5.3 – Resultados da calibração ascendente do sensor de pressão PMB100

A Tabela 5.7 apresenta um exemplo do balanço da incerteza expandida de calibração para um patamar de calibração (+50 hPa), para os outros patamares foi usada a mesma metodologia e mesmas fontes de incerteza.

Tabela 5.7 – Balanço da incerteza da calibração do sensor de pressão no patamar de +50 hPa

Fontes de Incerteza ( $X_i$ )	Estimativas ( $x_i$ )	Incertezas padrão ( $u(x_i)$ )	Coefficientes de sensibilidade ( $c_i$ )	Incerteza padrão parcial ( $u_i(y)$ )	Graus de liberdade ( $v_i$ )
Padrão	50 [Pa]	28,9	1	28,9	50
Resolução	10 [Pa]	5,8	1	5,8	500000
Desvio Padrão	3,1 [Pa]	1,8	1	1,8	4
Incerteza padrão da medição ( $u(y)$ )				29,5	
Y	y	Graus de liberdade efectivos ( $v_{eff}$ )		54	
		Factor de expansão ( $k$ )		2,05	
		Incerteza expandida de medição ( $U$ )		<b>60</b>	
		$Y = y \pm U$			

### 5.3 CALIBRAÇÃO DE MEDIDORES DE CAUDAL MÁSSICO DE GÁS, GMFM

#### 5.3.1 PRINCÍPIO DE MEDIÇÃO

Actualmente existem no mercado, de uma forma bastante acessível uma grande variedade de medidores de caudal mássico de gás “GMFM” para aplicações OEM. Estes sensores são usados em metrologia de gases, onde um fluxo gasoso é convertido num sinal eléctrico analógico proporcional. Os GMFM são pequenos dispositivos electrónicos, os quais possuem uma(s) resistência(s) aquecida(s) em que a resposta da qual depende da temperatura. A temperatura da resistência varia devido à passagem de um fluxo de gás, o qual provoca uma transferência proporcional de calor, provocando um abaixamento da temperatura e alteração da resistência eléctrica, possibilitando assim, medir o caudal de gás [Matos e Ferreira, 2009].

O princípio de medição dos GMFM é baseado no facto de o sinal analógico debitado pelo sensor depender da taxa de transferência de calor entre o sensor e o fluxo de gás. A taxa de transferência de calor está relacionada, com o fluxo de gás (e velocidade) mas, depende ainda, da composição do gás e suas propriedades físicas tais como, condutividade térmica, densidade, calor específico e possivelmente outras [Bronkhost, 1999; ISO 6145 – 1, 2003; ISO 6145 – 7, 2009; Matos e Ferreira, 2009; URL7).

A relação entre o caudal de gás e o sinal eléctrico dado pelo GMFM pode ser estabelecida através de calibrações.

No âmbito deste trabalho foram utilizados e calibrados três GMFM. Um designado GMFM1 da marca Omron com uma gama de medição de 0 a 1 l·min<sup>-1</sup>, dois da marca Honeywell, designados GMFM2 com uma gama de medição de 0 a 5 l·min<sup>-1</sup> e GMFM3 com uma gama de medição de 0 a 20 l·min<sup>-1</sup>.

#### 5.3.2 PROCEDIMENTO DE CALIBRAÇÃO

A calibração de GMFM é frequentemente efectuada por via directa, com recurso a instrumentos padrão adequados, caudalímetros padrão, gasómetros, contadores de gás húmido, ou outros. No entanto, é possível efectuar a calibração por via indirecta, calibração dinâmica, recorrendo para tal a GMFM previamente calibrados, a substâncias traçadoras e à medida da concentração desse traçador em misturas. O procedimento de calibração dinâmica requer no entanto a implementação prévia do modelo (Anexo C), é

necessária a sua validação e o cálculo de incertezas associadas prevê-se mais complexo.

### 5.3.2.1 CALIBRAÇÃO SIMPLES

Tendo em conta o cumprimento do máximo de requisitos associados à calibração foi utilizado um caudalímetro padrão, calibrado numa entidade competente para o efeito. As calibrações de GMFM foram efectuadas na sua maioria com recurso a gases de composição pura ( $y_i=1$ ), consistiu na medição dos seguintes parâmetros, caudal volumétrico de referência, temperatura, pressão, tempo e resposta do GMFM<sup>14</sup>.

O caudal volumétrico ( $G_v$ ) de gás (puro ou mistura) que atravessa o GMFM é dado por,

$$G_v = \frac{Vol}{t} \quad (\text{Eq.5.11})$$

O caudal mássico ( $G_m$ ) que atravessa o GMFM é dado pela equação dos gases perfeitos,

$$PG_v M_G = G_m R^* T \quad (\text{Eq.5.12})$$

Em que  $M_G$  é a massa molecular do gás ou mistura.

Rearranjando a equação anterior, obtêm-se a “função de medição”, a partir da qual são obtidos os resultados e incertezas da calibração simples de GMFM.

$$G_m = \frac{PG_v M_G}{R^* T} \quad (\text{Eq.5.13})$$

Os modelos de resposta dos GMFM são arbitrariamente estabelecidos, tendo em conta os resultados da calibração, podendo apresentar uma forma linear,

$$G_m = a_0 + a_1 V \quad [\text{volt}] \quad (\text{Eq.5.14})$$

A forma polinomial de 2º grau ou ainda, modelos mais complexos,

$$G_m = a_0 + a_1 V + a_2 V^2 \quad [\text{volt}] \quad (\text{Eq.5.15})$$

---

<sup>14</sup> A calibração dos GMFM deve ser acompanhada da medida da temperatura (T) e pressão absoluta (P) do gás de calibração.

O procedimento de calibração seguido foi,

- i. Ligar os sistemas de medição e esperar um tempo mínimo de aquecimento de 30 minutos;
- ii. Fazer a montagem dos componentes necessários à calibração, de acordo com a Figura 5.4;
- iii. Iniciar o programa NUNCAL;
- iv. Ler o valor da pressão atmosférica e da temperatura do CJC através da opção A;
- v. Executar a opção N do programa NUNCAL, introduzir todos os dados solicitados;
- vi. Ligar o gás de calibração e ajustar a pressão de saída das garrafas através de manorredutores;
- vii. Ajustar o caudal do GMFM a calibrar com a respectiva válvula de controlo de caudal (VA) e deixar estabilizar a resposta;
- viii. Dar início à aquisição de dados (mínimo 10 leituras);
- ix. Terminar a aquisição de dados.
- x. Repetir os passos vii e viii para diferentes respostas (volt) do GMFM ao longo da gama de medição;
- xi. O computador calcula a média das variáveis adquiridas (temperatura, pressão atmosférica, caudal volumétrico, caudal mássico e a resposta do GMFM) e regista a informação no ficheiro de dados COMPCAL.DAT;

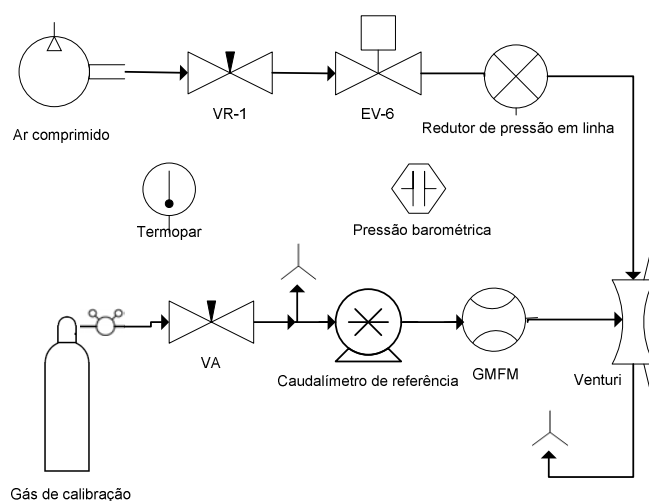


Figura 5.4 – Esquema da calibração simples de GMFM

### 5.3.2.2 CALIBRAÇÃO DINÂMICA

A calibração dinâmica aplica-se à calibração GMFM de grandes caudais, devido ao facto de ser difícil possuir equipamentos padrão de grande capacidade e tecnicamente ser muitas vezes a calibração simples não ser praticável [Matos e Ferreira, 2009]<sup>15</sup>.

Tendo em conta o modelo de diluição com dois GMFM esquematizado pela Figura 5.5, o balanço ao sistema é dado pelas equações seguintes.

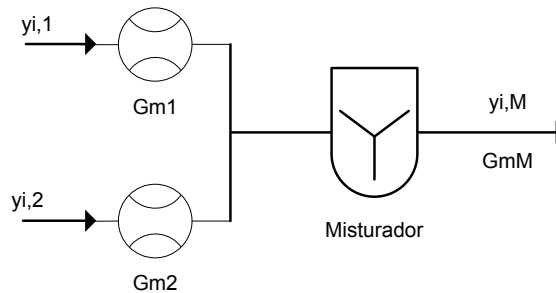


Figura 5.5 – Esquema de diluição dinâmica

Considerando o balanço mássico ao modelo de diluição dinâmica apresentado fica,

$$y_{i,1} \frac{G_{m1}}{M_{G1}} + y_{i,2} \frac{G_{m2}}{M_{G2}} = y_{i,M} \frac{G_{mM}}{M_{GM}} \quad (\text{Eq. 5.16})$$

onde,

$$\frac{G_{m1}}{M_{G1}} + \frac{G_{m2}}{M_{G2}} = \frac{G_{mM}}{M_{GM}} \quad (\text{Eq. 5.17})$$

assim,

$$y_{i,1} \frac{G_{m1}}{M_{G1}} + y_{i,2} \frac{G_{m2}}{M_{G2}} = y_{i,M} \left( \frac{G_{m1}}{M_{G1}} + \frac{G_{m2}}{M_{G2}} \right) \quad (\text{Eq. 5.18})$$

resolvendo em ordem a  $y_{i,M}$  vem,

<sup>15</sup> A calibração dinâmica aqui apresentada é uma metodologia análoga à utilizada noutras áreas, designada por “método do traçador”.



$$y_{i,M} = \frac{y_{i,1} \frac{G_{m1}}{M_{G1}} + y_{i,2} \frac{G_{m2}}{M_{G2}}}{\frac{G_{m1}}{M_{G1}} + \frac{G_{m2}}{M_{G2}}} \quad (\text{Eq. 5.19})$$

Resolvendo em ordem a  $G_{m2}$ , conhecido o valor de  $y_{i,M}$ ,

$$y_{i,M} \frac{G_{m1}}{M_{G1}} - y_{i,1} \frac{G_{m1}}{M_{G1}} = y_{i,2} \frac{G_{m2}}{M_{G2}} - y_{i,M} \frac{G_{m2}}{M_{G2}} \quad (\text{Eq. 5.20})$$

ou seja,

$$\frac{G_{m1}}{M_{G1}} (y_{i,M} - y_{i,1}) = \frac{G_{m2}}{M_{G2}} (y_{i,2} - y_{i,M}) \quad (\text{Eq. 5.21})$$

finalmente, a “função de medição” fica,

$$G_{m2} = G_{m1} \frac{M_{G2}}{M_{G1}} \left( \frac{y_{i,M} - y_{i,1}}{y_{i,2} - y_{i,M}} \right) \quad (\text{Eq. 5.22})$$

O procedimento de calibração dinâmica de GMFM foi efectuado de acordo com os seguintes passos<sup>16</sup>.

- i. Ligar os sistemas de medição e esperar um tempo mínimo de aquecimento de 30 minutos;
- ii. Fazer a montagem do sistema de calibração de acordo com a Figura 5.6;
- iii. Iniciar o programa NUNCAL e ler o valor da pressão atmosférica e da temperatura do CJC através da opção A;
- iv. Executar a opção Q do programa NUNCAL, introduzindo os dados solicitados;
- v. Ajustar a pressão de saída das garrafas com recurso a manorredutores;
- vi. Ajustar os caudais dos dois GMFM com as válvulas de controlo de caudal dos respectivos GMFM e deixar estabilizar a resposta do sensor de composição;

---

<sup>16</sup> Para proceder à calibração dinâmica de GMFM é necessário que o sensor de composição e um dos GMFM sejam previamente calibrados.

- vii. Dar início à aquisição de dados (mínimo 10 leituras);
- viii. Terminar a aquisição de dados.
- ix. Ajustar um novo caudal no GMFM a calibrar e repetir os passos v a vii;
- x. O computador calcula a média das variáveis adquiridas (temperatura, pressão atmosférica, caudal mássico e concentração do gás traçador utilizado na calibração, assim como a resposta do sensor de caudal mássico em calibração, [volt], de seguida calcula o caudal mássico do GMFM com base no modelo ( $G_{m2}$ ) e regista a informação no ficheiro de dados COMPCAL.DAT;

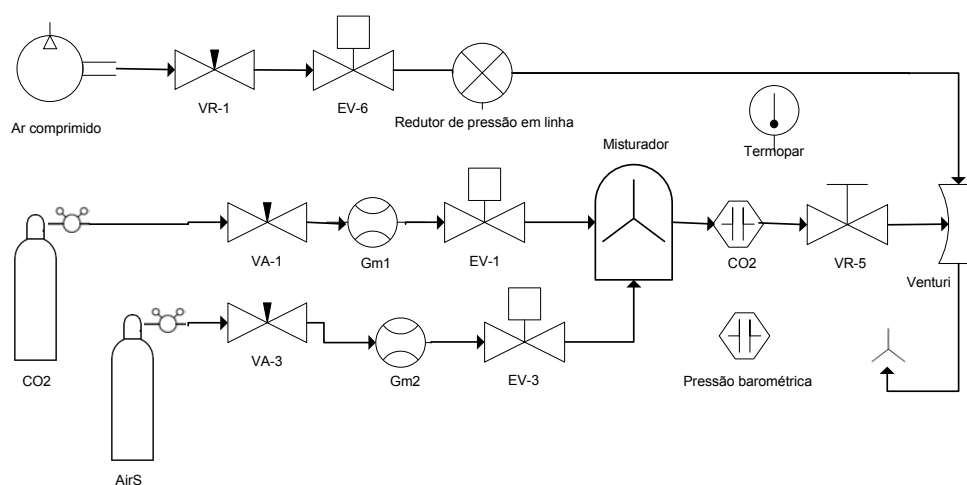


Figura 5.6 – Esquema da calibração dinâmica do GMFM3

### 5.3.3 RESULTADOS DA CALIBRAÇÃO

#### 5.3.3.1 GMFM1

A calibração simples do sensor GMFM1 (marca: Omron, modelo: D6F-01A1-110, número de série: 26X4R) foi efectuada para sete pontos ao longo da gama de medição.

Os equipamentos padrão utilizados na calibração foram: caudalímetro da marca BIOS (ENAC - Nº 73 LC 067/084/382) com EMA de 2% do valor medido, termopar (calibrado em 20-08-2009) com EMA de 1,5°C e pressão barométrica (calibrado em 24-06-2009) com EMA de 1hPa.

Os resultados obtidos em todas as calibrações efectuadas ao GMFM1 (26-06-2009 - N<sub>2</sub>, 10-08-2009 - N<sub>2</sub>, 11-08-2009 - N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> e CO<sub>2</sub>) encontram-se no Anexo D.

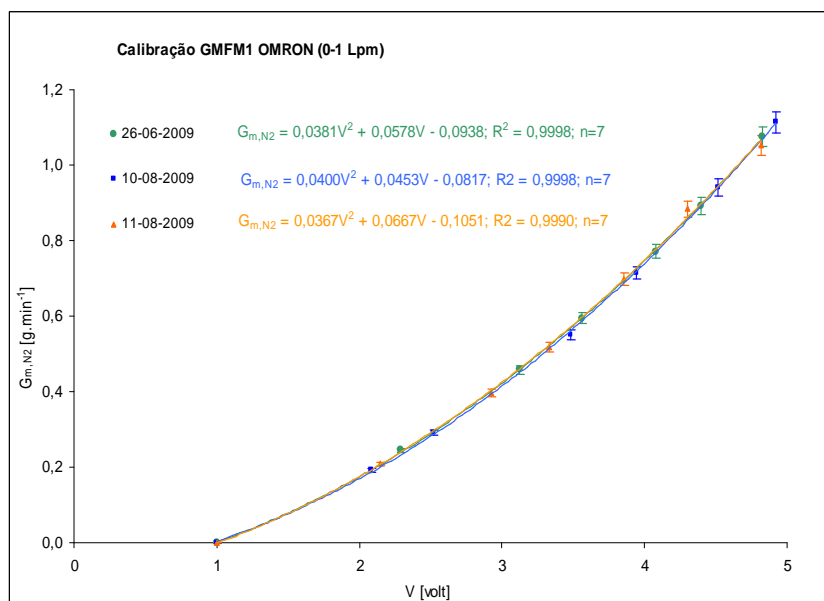
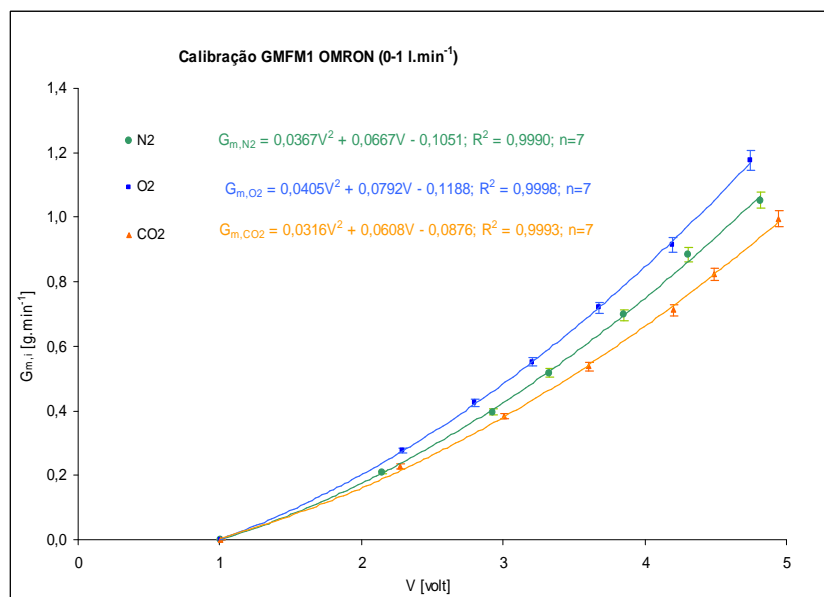
A Tabela 5.8 apresenta os resultados de uma calibração do GMFM1 com azoto<sup>17</sup>. A Figura 5.7 e Figura 5.8 apresentam graficamente os resultados de todas as calibrações efectuadas ao GMFM1, as respectivas equações de regressão e a dispersão da incerteza expandida da calibração.

Tabela 5.8 – Resultados da calibração do GMFM1 com N<sub>2</sub> (26-06-2009)

n	$M_G$ [g·mol <sup>-1</sup> ]	$G_{v,Ref}$ [l·min <sup>-1</sup> ]	$P$ [Pa]	$T$ [K]	$G_{m,Ref}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	Incerteza <sup>18</sup> [g·min <sup>-1</sup> ]	V [volt]
0	28,02	0,000	101631	296,9	0,000	-	1,005
1	28,02	0,212	101630	296,9	0,245	0,006	2,286
2	28,02	0,397	101630	296,9	0,458	0,011	3,126
3	28,02	0,515	101627	296,9	0,594	0,015	3,562
4	28,02	0,669	101627	296,8	0,771	0,019	4,081
5	28,02	0,773	101628	296,9	0,892	0,022	4,393
6	28,02	0,933	101628	296,9	1,076	<b>0,026</b>	4,822

<sup>17</sup> O azoto (N<sub>2</sub>) utilizado no laboratório como gás de calibração ou como ar zero ou gás de diluição é de qualidade 5.0, ou seja 99,999% (5x9) de N<sub>2</sub>. Este grau de pureza normalmente apresenta as seguintes características: ≤0,2 ppm de hidrocarbonetos totais; ≤1 ppm de H<sub>2</sub>; ≤1 ppm de O<sub>2</sub>; ≤3 ppm de H<sub>2</sub>O.

<sup>18</sup> “A incerteza expandida apresentada foi estimada de acordo com a metodologia descrita no documento EA-4/02, a partir das componentes da incerteza do caudal volumétrico padrão, do sensor de pressão, do sensor de temperatura e das características do sensor calibrado (repetibilidade e resolução). A incerteza expandida está expressa pela incerteza padrão multiplicada por um factor de expansão k=2, que para uma distribuição normal corresponde a um intervalo de confiança de aproximadamente 95%”.


 Figura 5.7 – Resultados das calibrações do GMFM1 com N<sub>2</sub>

 Figura 5.8 – Resultados da calibração do GMFM1 com N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> e CO<sub>2</sub>

A Tabela 5.9 apresenta um exemplo do balanço da incerteza de calibração para um ponto da calibração efectuada com azoto no dia 26-06-2009.

Tabela 5.9 – Balanço da incerteza de calibração para um ponto da calibração do GMFM1 com azoto (26-06-2009)

Fontes de Incerteza $(X_i)^{19}$	Estimativas $(x_i)$	Incertezas padrão $(u(x_i))$	Coefficientes de sensibilidade <sup>20</sup> $(c_i)$	Incerteza padrão parcial $(u_i(y))$	Graus de liberdade $(v_i)$
$G_V$	0,019 [l·min <sup>-1</sup> ]	0,011	1,15	0,0124	50
$P$	100 [Pa]	57,7	0,000011	0,00061	50
$T$	1,5 [°C]	0,866	-0,0036	0,0031	50
Resolução	0,0005 [g·min <sup>-1</sup> ])	0,00029	1	0,00029	500000
$Y$	$y$	Incerteza padrão da medição ( $u(y)$ )		0,013	
		Graus de liberdade efectivos ( $v_{eff}$ )		56	
		Factor de expansão ( $k$ )		2,05	
		Incerteza expandida de medição ( $U$ )		<b>0,026</b>	
$Y = y \pm U$					

### 5.3.3.2 GMFM2

A calibração simples do sensor GMFM2 (marca: Honeywell, modelo: AWM5101VN, número de série: 0722) foi efectuada para oito pontos ao longo da gama de medição.

Os equipamentos padrão utilizados na calibração foram: caudalímetro da marca BIOS (ENAC - N° 73 LC 067/084/382) com EMA de 2% do valor medido, termopar (calibrado em 20-08-2009) com EMA de 1,5°C e pressão barométrica (calibrado em 24-06-2009) com EMA de 1hPa.

<sup>19</sup> Na calibração simples de GMFM, as fontes de incerteza, desvio padrão de leituras e incerteza do gás de calibração (gases puros) foram consideradas desprezáveis.

<sup>20</sup> Os coeficientes de sensibilidade foram determinados a partir da Eq. 5.13:

$$\frac{\partial G_m}{\partial G_v} = \frac{PM_G}{R^*T}; \quad \frac{\partial G_m}{\partial P} = \frac{G_v M_G}{R^*T}; \quad \frac{\partial G_m}{\partial T} = \frac{-(PG_v M_G R^*)}{(R^*T)^2}.$$

Os resultados obtidos em todas as calibrações efectuadas ao GMFM2 (26-06-2009 - N<sub>2</sub>, 10-08-2009 - N<sub>2</sub>, 11-08-2009 - N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, Ar e AirS) encontram-se no Anexo D.

A Tabela 5.10 apresenta os resultados de uma calibração do GMFM2 com azoto. A Figura 5.9 e Figura 5.10 apresentam graficamente os resultados de todas as calibrações efectuadas ao GMFM2, as respectivas equações de regressão e a dispersão da incerteza expandida da calibração.

Tabela 5.10 – Resultados da calibração do GMFM2 com N<sub>2</sub> (26-06-2009)

n	$M_G$ [g·mol <sup>-1</sup> ]	$G_{v,Ref}$ [l·min <sup>-1</sup> ]	$P$ [Pa]	$T$ [K]	$G_{m,Ref}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	Incerteza <sup>21</sup> [g·min <sup>-1</sup> ]	V [volt]
0	28,02	0,000	101622	297,8	0,000	-	1,048
1	28,02	0,546	101620	297,5	0,629	0,015	1,406
2	28,02	1,013	101621	297,9	1,165	0,028	1,754
3	28,02	1,514	101611	297,9	1,740	0,043	2,150
4	28,02	1,949	101610	297,7	2,242	0,055	2,482
4	28,02	3,022	101613	297,6	3,477	0,085	3,331
6	28,02	3,997	101612	297,5	4,601	0,112	4,082
7	28,02	4,776	101615	297,5	5,498	<b>0,134</b>	4,649

<sup>21</sup> Ver nota 18.

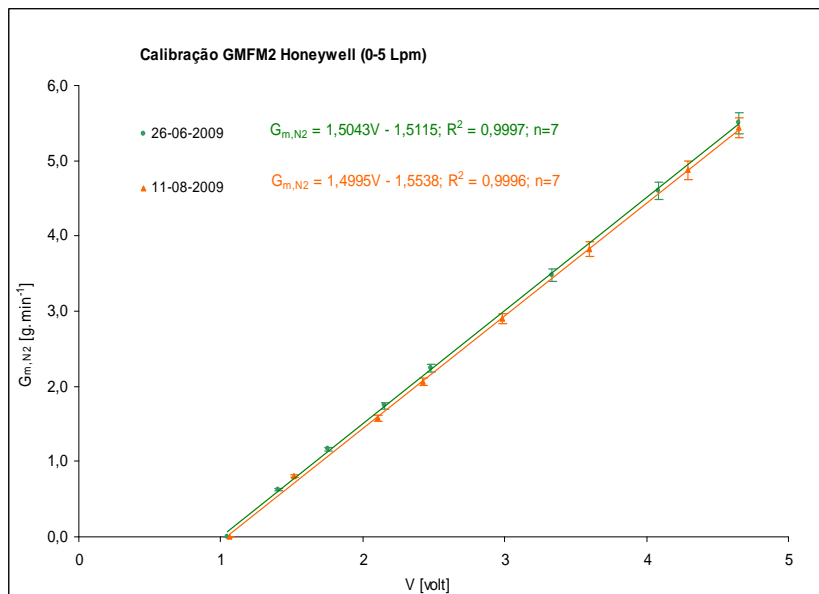


Figura 5.9 – Resultados das calibrações do GMFM2 com  $N_2$

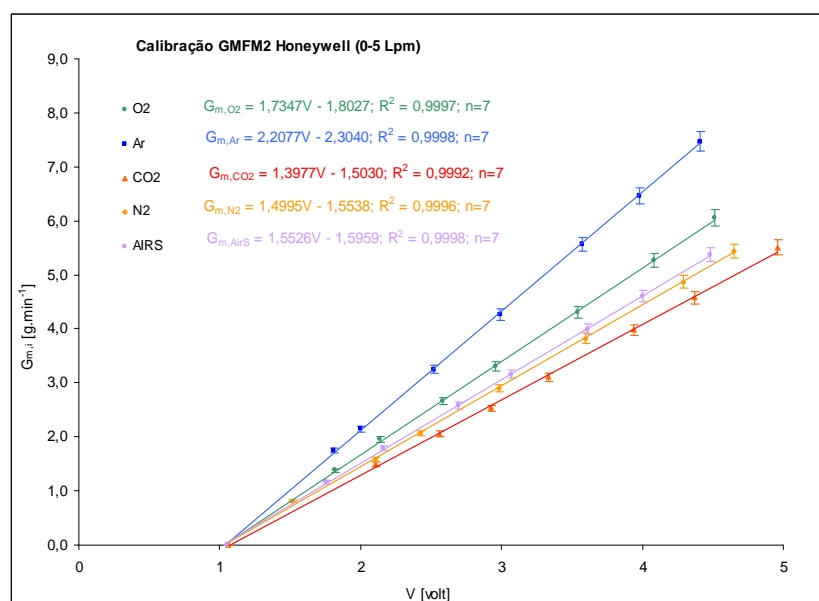


Figura 5.10 – Resultados da calibração do GMFM2 com  $N_2$ ,  $O_2$ , Ar,  $CO_2$  e AirS

A Tabela 5.11 apresenta um exemplo do balanço da incerteza de calibração para um ponto da calibração efectuada ao GMFM2 com azoto no dia 26-06-2009.

Tabela 5.11 – Balanço da incerteza para um ponto da calibração do GMFM2 com azoto (26-06-2009)

Fontes de Incerteza $(X_i)^{22}$	Estimativas $(x_i)$	Incertezas padrão $(u(x_i))$	Coeficientes de sensibilidade <sup>23</sup> $(c_i)$	Incerteza padrão parcial $(u_i(y))$	Graus de liberdade $(v_i)$
$G_V$	0,096 [l·min <sup>-1</sup> ]	0,055	1,15	0,0635	50
$P$	100 [Pa]	57,7	0,0000541	0,0031	50
$T$	1,5 [°C]	0,866	-0,0185	0,016	50
Resolução	0,0005 [g·min <sup>-1</sup> ]	0,00029	1	0,00029	500000
$Y$	$y$	Incerteza padrão da medição ( $u(y)$ )		0,066	
		Graus de liberdade efectivos ( $v_{eff}$ )		56	
		Factor de expansão ( $k$ )		2,05	
		Incerteza expandida de medição ( $U$ )		<b>0,134</b>	
$Y = y \pm U$					

### 5.3.3.3 GMFM3

A calibração simples do sensor GMFM3 (marca: Honeywell, modelo: AWM5104VN, número de série: 0708) foi efectuada para oito pontos ao longo da gama de medição.

Os equipamentos padrão utilizados na calibração foram: caudalímetro da marca BIOS (ENAC - Nº 73 LC 067/084/382) com EMA de 2% do valor medido, termopar (calibrado em 20-08-2009) com EMA de 1,5°C e pressão barométrica (calibrado em 24-06-2009) com EMA de 1hPa.

Os resultados obtidos em todas as calibrações efectuadas ao GMFM3 (26-06-2009, 10-08-2009, 11-08-2009 - AirS) encontram-se no Anexo D.

A Tabela 5.12 apresenta o resultado de uma calibração do GMFM3 com AirS. A Figura 5.11 apresenta graficamente o resultado de todas as calibrações efectuadas ao GMFM3, as equações de regressão e a dispersão da incerteza expandida da calibração.

<sup>22</sup> Ver nota 19.

<sup>23</sup> Ver nota 20.



Tabela 5.12 – Resultados da calibração do GMFM3 com AirS (11-08-2009)

n	$M_G$ [g·mol <sup>-1</sup> ]	$G_{v,Ref}$ [l·min <sup>-1</sup> ]	P [Pa]	T [K]	$G_{m,Ref}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	Incerteza <sup>24</sup> [g·min <sup>-1</sup> ]	V [volt]
0	28,97	0,000	101610	299,3	0,000	-	1,004
1	28,97	2,096	101609	299,5	2,478	0,060	1,435
2	28,97	4,725	101608	299,5	5,586	0,136	1,949
3	28,97	7,718	101606	299,3	9,129	0,222	2,513
4	28,97	10,756	101606	299,2	12,728	0,310	3,102
5	28,97	13,454	101606	299,4	15,910	0,388	3,634
6	28,97	15,410	101603	299,4	18,222	0,444	3,999
7	28,97	18,720	101602	299,3	22,143	<b>0,540</b>	4,669

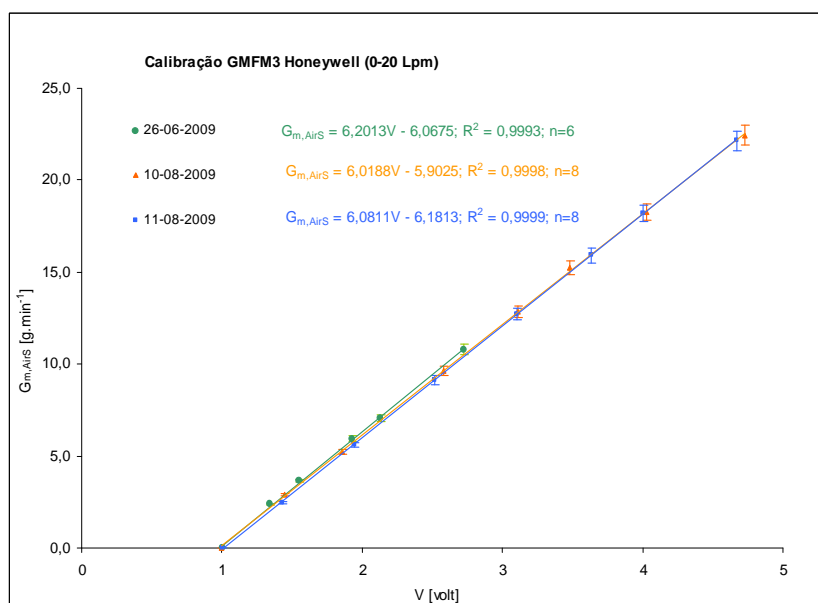


Figura 5.11 – Resultados das calibrações simples do GMFM3

A Tabela 5.13 apresenta um exemplo do balanço da incerteza de calibração para um ponto da calibração simples efectuada ao GMFM3 no dia 11-08-2009 com AirS.

<sup>24</sup> Ver nota 18.

Tabela 5.13 – Balanço da incerteza de calibração para um ponto da calibração do GMFM3 com AirS (11-08-2009)

Fontes de Incerteza $(X_i)^{25}$	Estimativas $(x_i)$	Incertezas padrão $(u(x_i))$	Coeficientes de sensibilidade <sup>26</sup> $(c_i)$	Incerteza padrão parcial $(u_i(y))$	Graus de liberdade $(v_i)$
$G_V$	0,374 [l·min <sup>-1</sup> ]	0,216	1,18	0,256	50
$P$	100 [Pa]	57,7	0,00022	0,013	50
$T$	1,5 [°C]	0,87	-0,074	0,064	50
Resolução	0,0005 [g·min <sup>-1</sup> ]	0,00029	1	0,00029	500000
$Y$	$y$	Incerteza padrão da medição $(u(y))$		0,264	
		Graus de liberdade efectivos $(v_{eff})$		56	
		Factor de expansão $(k)$		2,05	
		Incerteza expandida de medição $(U)$		<b>0,540</b>	
$Y = y \pm U$					

Foram efectuadas duas calibrações dinâmicas ao GMFM3. Os equipamentos padrão utilizados na calibração foram: GMFM1 e Sensor de CO<sub>2</sub>, NDIR previamente calibrados com CO<sub>2</sub>.

A Tabela 5.14 e Figura 5.12 apresentam os resultados da calibração. A Tabela 5.15 apresenta o balanço das incertezas para um ponto da calibração dinâmica ao GMFM3.

Os resultados obtidos em todas as calibrações efectuadas ao GMFM3 (17-09-2009 e 18-09-2009 – AirS) encontram-se no Anexo D.

<sup>25</sup> Ver nota 19.

<sup>26</sup> Ver nota 20.

Tabela 5.14 – Resultados da calibração dinâmica do GMFM3 (18-09-2009)

n	P [Pa]	T [K]	$G_{m,CO_2}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	$C_{CO_2}$ <sup>27</sup> [% v/v]	V [volt]	$G_{m2,AirS}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	Incerteza <sup>28</sup> [g·min <sup>-1</sup> ]
1	101508	294	0,643	11,02	1,507	3,42	0,19
2	101504	294	0,657	8,83	1,792	4,47	0,25
3	101506	294	0,633	5,06	2,251	7,82	0,44
4	101502	294	0,831	4,54	2,907	11,50	0,65
5	101500	294	0,808	3,54	3,479	14,47	0,82
6	101502	294	0,771	2,96	3,894	16,65	0,94
7	101503	294	0,863	2,83	4,416	19,51	<b>1,10</b>

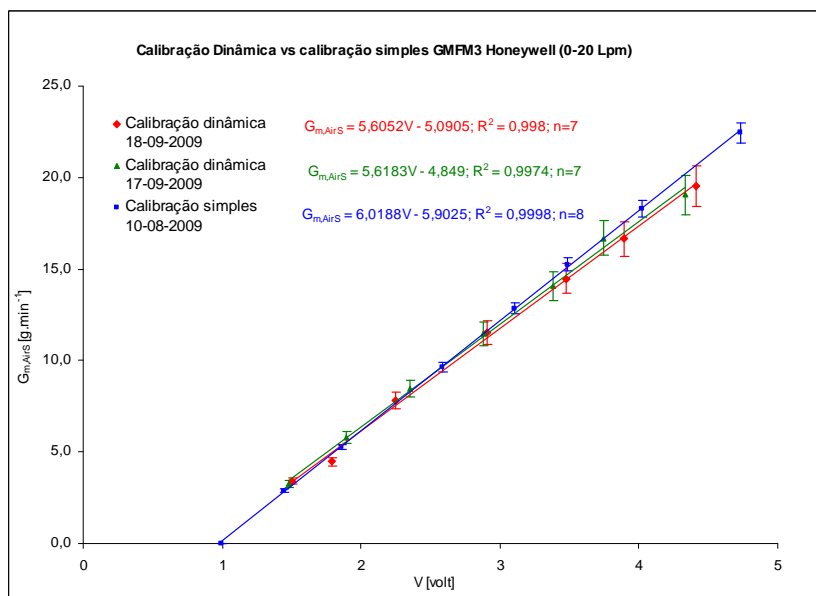


Figura 5.12 – Resultados da calibração dinâmica do GMFM3

<sup>27</sup> Tendo em conta a nomenclatura utilizada para os casos do O<sub>2</sub> e CO<sub>2</sub>,  $C_i = y_i \cdot 100$ , com  $C_i$  [0 a 100 %v/v] e  $y_i$  [0 a 1].

<sup>28</sup> “A incerteza expandida apresentada foi estimada de acordo com a metodologia descrita no documento EA-4/02, a partir das componentes da incerteza do gás traçador, do medidor de caudal GMFM1, do sensor de CO<sub>2</sub> e das características do medidor de caudal GMFM3 (repetibilidade e resolução). A incerteza expandida está expressa pela incerteza padrão multiplicada por um factor de expansão  $k=2$ , que para uma distribuição normal corresponde a um intervalo de confiança de aproximadamente 95%”.

Tabela 5.15 – Exemplo do balanço da incerteza da calibração dinâmica do GMFM3 (18-09-2009)

Fontes de Incerteza $(X_i)$	Estimativas $(x_i)$	Incerezas padrão $(u(x_i))$	Coefficientes de sensibilidade <sup>29</sup> $(c_i)$	Incerteza padrão parcial $(u_i(y))$	Graus de liberdade $(v_i)$
Gás traçador	0,0001 [%v/v]	0,0001	0,201	0,0000116	500000
G <sub>m1</sub>	0,022 [g·min <sup>-1</sup> ]	0,0124	22,62	0,282	50
Resolução G <sub>m1</sub>	0,0005 [g·min <sup>-1</sup> ]	0,0003	22,62	0,0065	500000
C <sub>CO2</sub>	0,113 [%v/v]	0,0654	-7,10	0,464	50
Resolução C <sub>CO2</sub>	0,05 [%v/v]	0,0029	-7,10	0,0205	500000
Resolução G <sub>m2</sub>	0,0005 [g·min <sup>-1</sup> ]	0,0029	1	0,0029	500000
Desvio Padrão	0,00 [g·min <sup>-1</sup> ]	0,00	1	0,00	4
Y	y	Incerteza padrão da medição $(u(y))$		0,543	
		Graus de liberdade efectivos $(v_{eff})$		82	
		Factor de expansão $(k)$		2,03	
		Incerteza expandida de medição $(U)$		<b>1,10</b>	
Y = y ± U					

## 5.4 CALIBRAÇÃO DE SENSORES DE COMPOSIÇÃO

### 5.4.1 PRINCÍPIO DE MEDIÇÃO

#### 5.4.1.1 SENSOR DE OXIGÉNIO, ELECTROQUÍMICA

Os sensores electrquímicos de estado-sólido são muito utilizados para medição da concentração de gases. Estes dispositivos apresentam como grande vantagem, a possibilidade de converter informação química num sinal eléctrico passível de ser

<sup>29</sup> Os coeficientes de sensibilidade foram determinados a partir da Eq. 5.22, (com,  $y_{i,2} = 0$ ):

$$\frac{\partial G_{m2}}{\partial G_{m1}} = \frac{M_{G2}}{M_{G1}} \left( \frac{y_{i,M} - y_{i,1}}{y_{i,2} - y_{i,M}} \right); \quad \frac{\partial G_{m2}}{\partial y_{i,1}} = \frac{G_{m1} M_{G2}}{y_{i,M} M_{G1}}; \quad \frac{\partial G_{m2}}{\partial y_{i,M}} = \frac{-G_{m1} M_{G2} y_{i,1} M_{G1}}{(M_{G1} y_{i,M})^2}$$

medido. A presença ou concentração de um determinado gás é efectuada através da medição da corrente eléctrica ou f.e.m. disponibilizada pelo sensor.

Tipicamente, os sensores electroquímicos contêm três eléctrodos, estes são agregados numa estrutura que contém ainda um electrólito. O electrólito possibilita o transporte da corrente eléctrica entre os vários eléctrodos possibilitando assim medir alterações na resposta do sensor quando este é submetido a alterações da concentração de gás a medir.

No âmbito deste trabalho, foi utilizado um sensor de O<sub>2</sub> da marca GE Oxygen sensor, modelo KE-25, com uma gama de medição de 0 a 25 %v/v.

#### 5.4.1.2 SENSOR DE DIÓXIDO DE CARBONO, NDIR

O princípio de operação do sensor de CO<sub>2</sub> é baseado no princípio de Infra-Vermelho Não Dispersivo (NDIR) esta técnica permite detectar e quantificar moléculas que sejam capazes de absorver radiação na zona do espectro correspondente ao infravermelho de acordo com a Lei de Beer. As moléculas de CO<sub>2</sub> absorvem radiação no espectro infravermelho para valores de comprimento de onda compreendidos entre 4200 e 4500 nm [URL14].

No âmbito deste trabalho foi utilizado um sensor de CO<sub>2</sub> da marca Vaisala, composto por um módulo (GMB220ACB) que comunica com a respectiva sonda sonda (GMP221). A medida faz uso de um princípio de feixe simples de duplo comprimento de onda.

#### 5.4.2 PROCEDIMENTO DE CALIBRAÇÃO

A calibração de sensores de composição gasosa destina-se a determinar o respectivo modelo de resposta em função da concentração de determinado gás a que o sensor é exposto. A calibração de sensores de gás pode ser pontual, calibração simples, quando o modelo de resposta do sensor é linear, ou multiponto (com recurso a Materiais de Referência Certificados (CRM) ou à calibração dinâmica) permitindo avaliar a linearidade do sensor ao longo da gama de medição, assim como, cumprir requisitos normativos. A calibração dinâmica ou multiponto é ainda útil, na eventualidade do modelo de resposta não ser conhecido ou não ser linear [Ferreira, 2008; Rodrigues *et. al.*, 2009].

#### 5.4.2.1 CALIBRAÇÃO SIMPLES

A calibração simples foi efectuada com recurso a dois CRM com concentrações de gás conhecidas compreendidas entre a gama de medição dos respectivos sensores.

O procedimento de calibração simples foi efectuado de acordo com os seguintes passos,

- i. Ligar os sistemas de medição e esperar um tempo de aquecimento mínimo de 30 minutos;
- ii. Fazer a montagem do sistema de acordo com a Figura 5.13;
- iii. Iniciar o programa NUNCAL, executar a opção L e introduzir os dados solicitados;
- iv. Introduzir gás azoto através da “linha de zero” com recurso a um redutor de pressão e a um “by-pass” de exaustão, para calibração do ponto zero;
- v. Deixar estabilizar a resposta do sensor e dar início à aquisição de dados (mínimo 10 leituras);
- vi. Introduzir através da “linha de span” a mistura padrão com concentração conhecida<sup>30</sup>, com recurso a um redutor de pressão e a um “by-pass” de exaustão;
- vii. Deixar estabilizar a resposta do sensor e iniciar a aquisição de dados (mínimo 10 leituras);
- viii. Terminar a aquisição de dados.
- ix. O computador calcula a média das variáveis adquiridas (concentração padrão e resposta do sensor) e regista a informação no ficheiro de dados COMPCAL.DAT;

---

<sup>30</sup> A utilização de garrafas de gases com altas pressões pressupõe o conhecimento das instruções de utilização e de segurança.

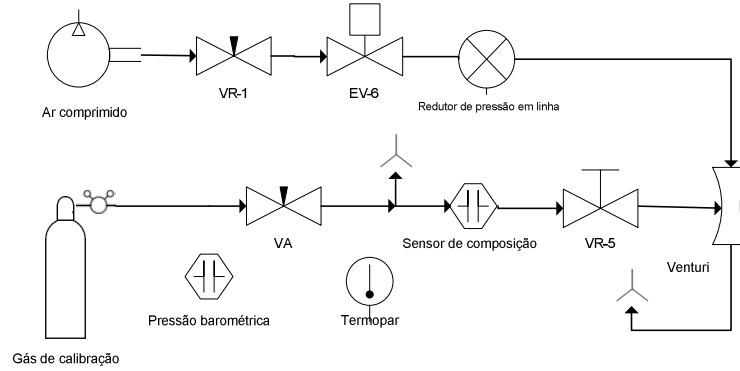


Figura 5.13 – Esquema de calibração simples de sensores de composição gasosa

#### 5.4.2.2 CALIBRAÇÃO DINÂMICA

Foram efectuadas calibrações dinâmicas aos sensores de composição, com recurso ao sistema de diluição de gases, previamente calibrado e a gases puros ( $y_i=1$ ). Esta metodologia de calibração apresenta como grande vantagem, a possibilidade de calibração em qualquer ponto ao longo da gama de medição e a calibração para o número de pontos que forem desejáveis [Matos e Ferreira, 2009; Rodrigues *et. al.*, 2009].

Tendo em conta o balanço mássico ao sistema de diluição dinâmica apresentado na Figura 5.5 ou de uma forma geral o descrito no Anexo C, simplificando, para apenas dois compostos ( $y_{1,1} = 1; y_{1,2} = 0; y_{2,1} = 0; y_{2,2} = 1$ ), a Eq. 5.19 fica,

$$y_{1,M} = \frac{y_{1,1} \frac{G_{m1}}{M_{G1}}}{\frac{G_{m1}}{M_{G1}} + \frac{G_{m2}}{M_{G2}}} \quad (\text{Eq. 5.23})$$

Esta equação, usada como “função de medição” é equivalente à resolução da matriz em ordem a  $y_{i,M}$  do modelo de diluição dinâmica apresentada no Anexo C.

Por exemplo, considerando uma situação simples de uma mistura gasosa preparada a partir de dois caudais mássicos de gás, ( $G_{m1}$  e  $G_{m2}$ ) a partir de gases puros ( $N_2$  e  $CO_2$ ) de composição conhecida ( $y_{N_2,1}=1$ ,  $y_{CO_2,1}=0$  e  $y_{N_2,2}=0$ ,  $y_{CO_2,2}=1$ ), portanto ( $M=3$  e  $N=2$ ) a aplicação do modelo resulta,

$$b_{N_2} = \frac{1}{G_{m1} + G_{m2}} \left( \frac{G_{m1} y_{N_2,1}}{M_{N_2}} + \frac{G_{m2} y_{N_2,2}}{M_{CO_2}} \right) \quad (\text{Eq. 5.24})$$

e

$$\left\{ \begin{array}{l} \left( M_{N_2} - \frac{1}{b_{N_2}} \right) y_{N_2,M} + M_{CO_2} y_{CO_2,M} = 0 \\ y_{N_2,M} + y_{CO_2,M} = 1 \end{array} \right\} \quad (\text{Eq. 5.25})$$

Da solução resulta a composição da mistura gasosa (M) ( $y_{N_2,M}$ ,  $y_{CO_2,M}$ ) tendo em conta que  $G_{mM} = G_{m1} + G_{m2}$  [Matos e Ferreira, 2009].

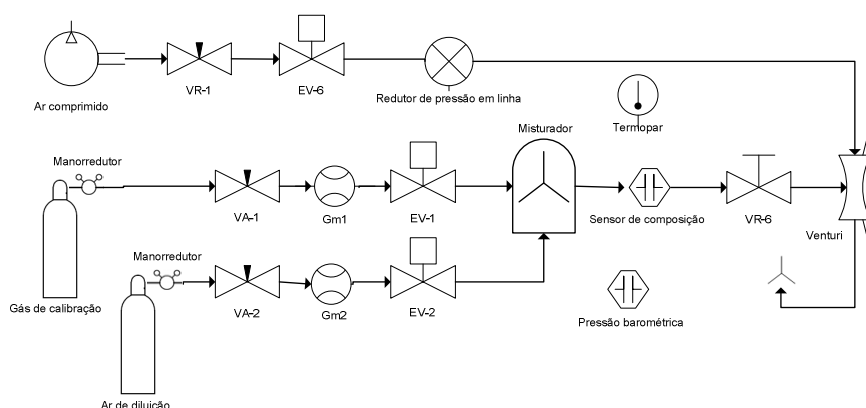


Figura 5.14 – Esquema da calibração dinâmica de sensores de composição gasosa

### 5.4.3 RESULTADOS DA CALIBRAÇÃO

#### 5.4.3.1 SENSOR DE OXIGÉNIO, ELECTROQUÍMICA

A calibração simples do sensor de  $O_2$  (marca: GE Oxygen sensor, modelo: KE-25) foi efectuada para o ponto zero e para dois pontos de concentração conhecida com recurso a CRM<sup>31</sup> (CRM de  $O_2$  – SWEDAC e CRM de  $O_2$  – ENAC).

A Tabela 5.16 e Figura 5.15 apresentam os resultados da calibração simples do sensor de  $O_2$ . A Tabela 5.17 apresenta um exemplo do cálculo da incerteza da calibração simples com uma mistura CRM [Madeira *et. al.*, 2009].

<sup>31</sup> Tendo em conta o sistema internacional de unidades SI, as unidades frequentemente utilizadas nesta área de trabalho (CRM, misturas de gases) são equivalentes a:  $1\%v/v = 1 \times 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{mol}^{-1}$ ;  $1 \text{ ppm} = 1 \times 10^{-6} \text{ mol} \cdot \text{mol}^{-1}$ ;  $1 \text{ ppb} = 1 \times 10^{-9} \text{ mol} \cdot \text{mol}^{-1}$ .



Tabela 5.16– Resultados da calibração simples do sensor de O<sub>2</sub> (21-09-2009)

CRM [%v/v]	V [volt]	Incerteza <sup>32</sup> [%v/v]
0,00	0,000	0,06
4,03	0,315	0,13
20,93	2,027	<b>0,15</b>

Tabela 5.17– Balanço da incerteza da calibração simples do sensor de O<sub>2</sub> (CRM=20,93 [%v/v])

Fontes de Incerteza ( $X_i$ )	Estimativas ( $x_i$ )	Incertezas padrão ( $u(x_i)$ )	Coeficientes de sensibilidade ( $c_i$ )	Incerteza padrão parcial ( $u_i(y)$ )	Graus de liberdade ( $\nu_i$ )
Padrão	0,11 [%v/v]	0,064	1	0,064	50
Resolução	0,05 [%v/v]	0,029	1	0,029	500000
Desvio padrão	0,055 [%v/v]	0,024	1	0,024	4
Incerteza padrão da medição ( $u(y)$ )				0,074	
$Y$	$y$	Graus de liberdade efectivos ( $\nu_{eff}$ )		71	
		Factor de expansão ( $k$ )		2,04	
		Incerteza expandida de medição ( $U$ )		<b>0,15</b>	
		$Y = y \pm U$			

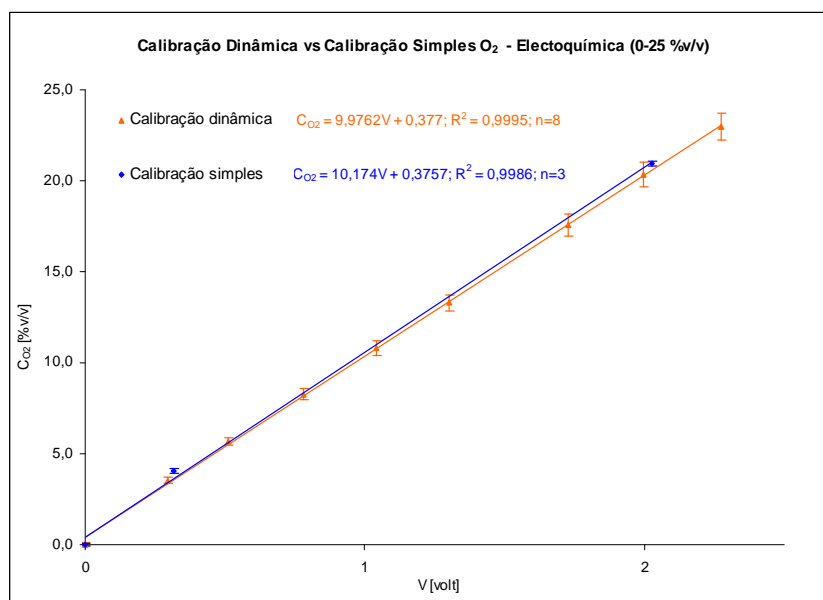
Foi efectuada uma calibração dinâmica ao sensor de O<sub>2</sub>. Os equipamentos padrão utilizados na calibração foram: GMFM1 calibrado previamente com O<sub>2</sub> e GMFM2 calibrado previamente com N<sub>2</sub>.

Os resultados da calibração são apresentados na Tabela 5.18 e Figura 5.15.

<sup>32</sup> “A incerteza expandida apresentada foi estimada de acordo com a metodologia descrita no documento EA-4/02, a partir das componentes da incerteza do gás padrão (CRM) e das características do sensor calibrado (repetibilidade e resolução). A incerteza expandida está expressa pela incerteza padrão multiplicada por um factor de expansão  $k=2$ , que para uma distribuição normal corresponde a um intervalo de confiança de aproximadamente 95%”.

Tabela 5.18 – Resultado da calibração dinâmica do sensor de O<sub>2</sub> – electroquímica (18-09-2009)

n	P [Pa]	T [K]	$G_{m2,N2}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	$G_{m1,O2}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	$C_{O2}$ [%v/v]	V [volt]	Incerteza <sup>33</sup> [%v/v]
0	101379	295	4,296	0,001	0,0	0,000	0,10
1	101386	295	4,289	0,180	3,5	0,293	0,14
2	101390	295	4,290	0,294	5,7	0,514	0,22
3	101393	295	4,292	0,441	8,3	0,782	0,30
4	101396	295	4,189	0,580	10,8	1,043	0,38
5	101403	296	3,632	0,635	13,3	1,304	0,46
6	101408	296	2,911	0,709	17,6	1,729	0,59
7	101407	295	2,399	0,701	20,4	1,995	0,67
8	101411	296	2,256	0,768	23,0	2,274	<b>0,72</b>


 Figura 5.15 – Resultados das calibrações do sensor de O<sub>2</sub>

<sup>33</sup> “A incerteza expandida apresentada foi estimada de acordo com a metodologia descrita no documento EA-4/02, a partir das componentes da incerteza do gás de calibração, dos medidores de caudal GMFM1 e GMFM2, e das características do sensor calibrado (repetibilidade e resolução). A incerteza expandida está expressa pela incerteza padrão multiplicada por um factor de expansão  $k=2$ , que para uma distribuição Normal corresponde a um intervalo de confiança de aproximadamente 95%”.

A Tabela 5.19 apresenta um exemplo do cálculo das incertezas para um ponto da calibração dinâmica [Rodrigues *et. al.*, 2009].

Tabela 5.19 – Exemplo de cálculo da incerteza da calibração dinâmica do sensor de O<sub>2</sub> (18-09-2009)

Fontes de Incerteza ( $X_i$ )	Estimativas ( $x_i$ )	Incerezas padrão ( $u(x_i)$ )	Coefficientes de sensibilidade <sup>34</sup> ( $c_i$ )	Incerteza padrão parcial ( $u_i(y)$ )	Graus de liberdade ( $v_i$ )
Gás de calibração	0,0001 [%v/v]	0,0001	0,23	0,0000133	500000
G <sub>m1</sub>	0,0192 [g·min <sup>-1</sup> ]	0,0111	23	0,255	50
Resolução G <sub>m1</sub>	0,0005 [g·min <sup>-1</sup> ]	0,0003	23	0,0066	500000
G <sub>m2</sub>	0,0541 [g·min <sup>-1</sup> ]	0,0313	-7,8	0,244	50
Resolução G <sub>m2</sub>	0,0005 [g·min <sup>-1</sup> ]	0,0003	-7,8	0,0023	500000
Resolução sensor de O <sub>2</sub>	0,005 [%v/v]	0,0029	1	0,0029	500000
Desvio Padrão	0,00 [%v/v]	0,00	1	0,00	4
$Y$	$y$	Incerteza padrão da medição ( $u(y)$ )			0,353
		Graus de liberdade efectivos ( $v_{eff}$ )			99
		Factor de expansão ( $k$ )			2,03
		Incerteza expandida de medição ( $U$ )			<b>0,72</b>
		$Y = y \pm U$			

<sup>34</sup> Os coeficientes de sensibilidade foram determinados a partir da Eq. 5.23:

$$\frac{\partial y_{1,M}}{\partial y_{1,1}} = \frac{\frac{G_{m1}}{M_{G,1}}}{\left(\frac{G_{m1}}{M_{G,1}} + \frac{G_{m2}}{M_{G,2}}\right)}; \frac{\partial y_{i,M}}{\partial G_{m1}} = \frac{\frac{y_{1,1} \cdot G_{m2}}{M_{G,1} \cdot M_{G,2}}}{\left(\frac{G_{m1}}{M_{G,1}} + \frac{G_{m2}}{M_{G,2}}\right)^2}; \frac{\partial y_{i,M}}{\partial G_{m2}} = \frac{-\frac{y_{1,1} \cdot G_{m1}}{M_{G,1} \cdot M_{G,2}}}{\left(\frac{G_{m1}}{M_{G,1}} + \frac{G_{m2}}{M_{G,2}}\right)^2}$$

#### 5.4.3.2 SENSOR DE DIÓXIDO DE CARBONO, NDIR

A calibração simples do sensor de CO<sub>2</sub> (marca: Vaisala Oyj, modelo: GMP221 carbon dioxide probe, número de série: Z4750022) foi efectuada para o ponto zero e para dois pontos de concentração conhecida com recurso a CRM (CRM de CO<sub>2</sub> – SWEDAC e CRM de CO<sub>2</sub> – Anexo F).

A Tabela 5.20 e Figura 5.16 apresentam os resultados da calibração simples do sensor de CO<sub>2</sub>. A Tabela 5.21 apresenta um exemplo do cálculo da incerteza da calibração simples com uma mistura CRM [Madeira *et. al.*, 2009].

Tabela 5.20 – Resultados da calibração simples do sensor de CO<sub>2</sub> (21-09-2009)

CRM [%v/v]	Resposta [volt]	Incerteza <sup>35</sup> [%v/v]
0	0,010	0,06
4,02	1,137	0,13
14,93	3,994	<b>0,22</b>

Tabela 5.21 – Balanço da incerteza da calibração simples do sensor de CO<sub>2</sub> (CO<sub>2</sub>=14,93 %v/v)

Fontes de Incerteza ( $X_i$ )	Estimativas ( $x_i$ )	Incertezas padrão ( $u(x_i)$ )	Coefficientes de sensibilidade ( $c_i$ )	Incerteza padrão parcial ( $u_i(y)$ )	Graus de liberdade ( $v_i$ )
Padrão	0,17 [% v/v]	0,098	1	0,098	50
Resolução	0,05 [% v/v]	0,029	1	0,029	500000
Desvio padrão	0,055 [% v/v]	0,024	1	0,024	4
Incerteza padrão da medição ( $u(y)$ )				0,105	
$Y$	$y$	Graus de liberdade efectivos ( $v_{eff}$ )		62	
		Factor de expansão ( $k$ )		2,04	
		Incerteza expandida de medição ( $U$ )		<b>0,22</b>	
		$Y = y \pm U$			

<sup>35</sup> Ver nota 32.

Foram efectuadas duas calibrações dinâmicas ao sensor de CO<sub>2</sub>. Os equipamentos padrão utilizados na calibração foram: GMFM1 previamente calibrado com CO<sub>2</sub> de acordo e GMFM2 calibrado previamente com N<sub>2</sub>.

Os resultados da calibração são apresentados na Tabela 5.22 e Figura 5.16.

Tabela 5.22 – Resultado da calibração dinâmica do sensor de CO<sub>2</sub> – NDIR (18-09-2009)

n	<i>P</i> [Pa]	<i>T</i> [K]	<i>G</i> <sub>m2,N2</sub> [g·min <sup>-1</sup> ]	<i>G</i> <sub>m1,CO2</sub> [g·min <sup>-1</sup> ]	<i>C</i> <sub>CO2</sub> [%v/v]	<i>V</i> [volt]	Incerteza <sup>36</sup> [%v/v]
0	101315	294	4,539	0,006	0,1	0,016	0,10
1	101319	294	4,528	0,258	3,5	0,956	0,14
2	101320	294	4,528	0,436	5,8	1,541	0,22
3	101324	294	4,527	0,706	9,0	2,384	0,33
4	101326	294	3,554	0,700	11,1	2,943	0,40
5	101327	294	2,684	0,700	14,2	3,699	0,50
6	101332	294	2,139	0,702	17,3	4,382	<b>0,58</b>

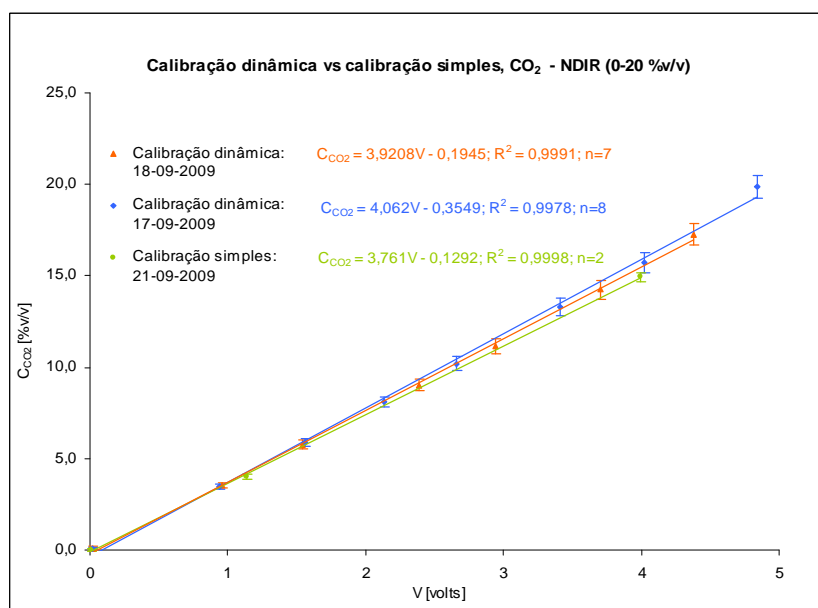


Figura 5.16 – Resultados das calibrações do sensor de CO<sub>2</sub>

<sup>36</sup> Ver nota 33

A Tabela 5.23 apresenta um exemplo do cálculo das incertezas para um ponto da calibração dinâmica (18-09-2009) [Rodrigues *et. al.*, 2009].

Tabela 5.23 – Exemplo de cálculo da incerteza da calibração dinâmica do sensor de CO<sub>2</sub> (18-09-2009)

Fontes de Incerteza ( $X_i$ )	Estimativas ( $x_i$ )	Incertezas padrão ( $u(x_i)$ )	Coefficientes de sensibilidade <sup>37</sup> ( $c_i$ )	Incerteza padrão parcial ( $u_i(y)$ )	Graus de liberdade ( $v_i$ )
Gás de calibração	0,0001 [%v/v]	0,0001	0,17	0,00001	500000
G <sub>m1</sub>	0,017 [g·min <sup>-1</sup> ]	0,0097	20,4	0,198	50
Resolução G <sub>m1</sub>	0,0005 [g·min <sup>-1</sup> ]	0,0003	20,4	0,0059	500000
G <sub>m2</sub>	0,053 [g·min <sup>-1</sup> ]	0,0309	-6,7	0,207	50
Resolução G <sub>m2</sub>	0,0005 [g·min <sup>-1</sup> ]	0,0003	-6,7	0,0019	500000
Resolução sensor de CO <sub>2</sub>	0,005 [%v/v]	0,0029	1	0,0029	500000
Desvio Padrão	0,00 [%v/v]	0,00	1	0,00	4
Incerteza padrão da medição ( $u(y)$ )				0,287	
$Y$	$y$	Graus de liberdade efectivos ( $v_{eff}$ )			99
		Factor de expansão ( $k$ )			2,03
		Incerteza expandida de medição ( $U$ )			<b>0,58</b>
		$Y = y \pm U$			

<sup>37</sup> Ver nota 34.

## **6 AVALIAÇÃO DAS CALIBRAÇÕES E VALIDAÇÃO DAS INCERTEZAS DE MEDIÇÃO**

O recurso a métodos de medição ou calibração desenvolvidos num laboratório pressupõe a sua validação [NP EN ISO/IEC 17025, 2005]. A validação é a confirmação, através de testes e apresentando evidências objectivas que os requisitos específicos relativos a uma dada utilização pretendida são satisfeitos.

A validação de um determinado método de calibração pressupõe a utilização, de uma ou mais combinações das seguintes técnicas:

- ✓ Calibração com recurso a padrões de referência e materiais de referência;
- ✓ Comparação com resultados obtidos por outros métodos;
- ✓ Comparações interlaboratoriais;
- ✓ Avaliação sistemática dos factores que influenciam os resultados;
- ✓ Avaliação da incerteza de medição, com base na compreensão científica dos princípios teóricos do método e na experiência prática.

Tendo em conta estes requisitos de validação, todos eles foram utilizados no decorrer do trabalho.

### **6.1 RASTREABILIDADE DAS MEDIÇÕES**

As calibrações no âmbito deste trabalho, (capítulo 5), foram efectuadas com recurso a equipamentos padrão calibrados em entidades competentes e CRM, permitindo desta forma evidenciar uma cadeia de rastreabilidade com ligação aos padrões nacionais e internacionais, apresentado na Figura 6.1

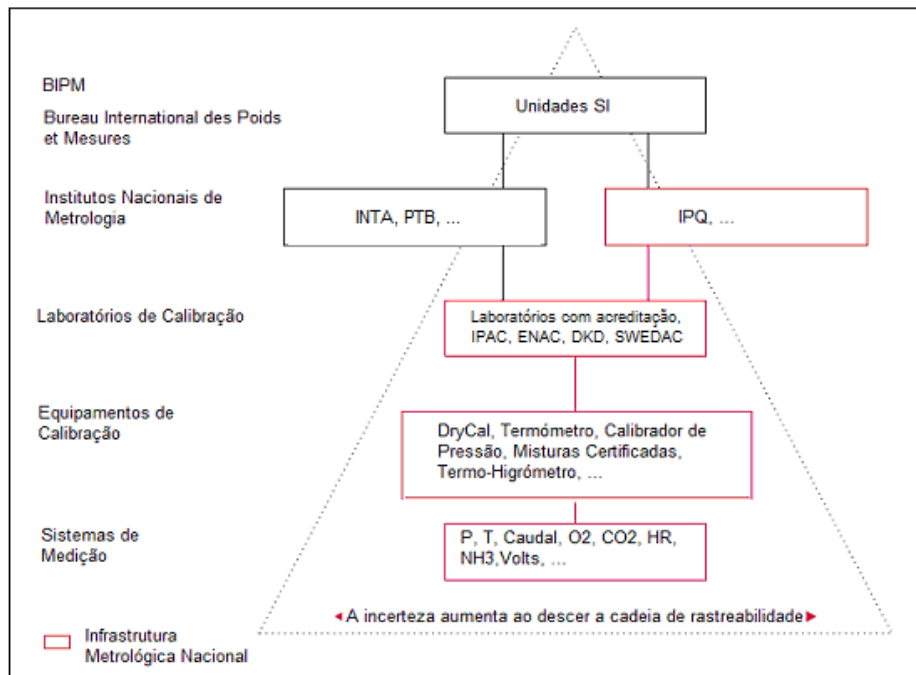


Figura 6.1 – Evidência da cadeia de rastreabilidade do sistema de medição desenvolvido

## 6.2 FACTORES DE RESPOSTA DOS GMFM

É verificado que a resposta dos GMFM não depende apenas do caudal mássico (ou volumétrico) que os atravessa mas ainda da natureza do gás, ou seja, das suas propriedades termo-físicas [Matos e Ferreira 2009; URL 7].

De forma a considerar este efeito, é necessário determinar e estabelecer experimentalmente os factores de resposta específicos para cada gás em ordem a um gás de referência, usualmente azoto.

A determinação dos factores de resposta de um dado gás  $i$  em relação a um dado gás de referência, como por exemplo o azoto ( $f_{i,N_2}$ ), faz-se a partir da calibração simples dos GMFM para esses gases puros ( $i$  e  $N_2$ ) [Ferreira, 2008; Matos e Ferreira, 2009].

$$G_{mi} = G_{mN_2} \frac{f_{i,N_2}}{f_{N_2,N_2}} \quad (\text{Eq. 6.1})$$

Se por convenção se fixar  $f_{N_2,N_2} = 1$ , o factor de resposta para o gás  $i$  é dado por,

$$f_{i,N_2} = \frac{G_{mi}}{G_{mN_2}} \quad (\text{Eq.6.2})$$



Assim, sabendo a resposta do GMFM, é possível calcular o caudal mássico correspondente para cada gás  $i$  em relação ao gás de referência ( $N_2$ ).

Generalizando, é possível para qualquer gás puro ( $k$ ) determinar o caudal mássico, recorrendo a uma equação de calibração do sensor de caudal para um outro gás  $i$  que seja conhecida (pode ser  $N_2$ ), tendo em conta os respectivos factores de resposta dos gases  $i$  e  $k$ , ou seja,

$$G_{mk} = G_{mi} \frac{f_{k,N_2}}{f_{i,N_2}} \quad (\text{Eq. 6.3})$$

Tendo em conta as calibrações efectuadas, foi utilizada esta metodologia para determinar os factores de resposta ( $f_{i,N_2}$ ).

A Figura 6.2 apresenta os resultados dos factores de resposta obtidos no âmbito deste trabalho. A Tabela 6.1 apresenta os resultados dos factores de resposta obtidos no âmbito deste trabalho, os mesmos são comparados com os resultados obtidos anteriormente no laboratório e com dados da literatura.

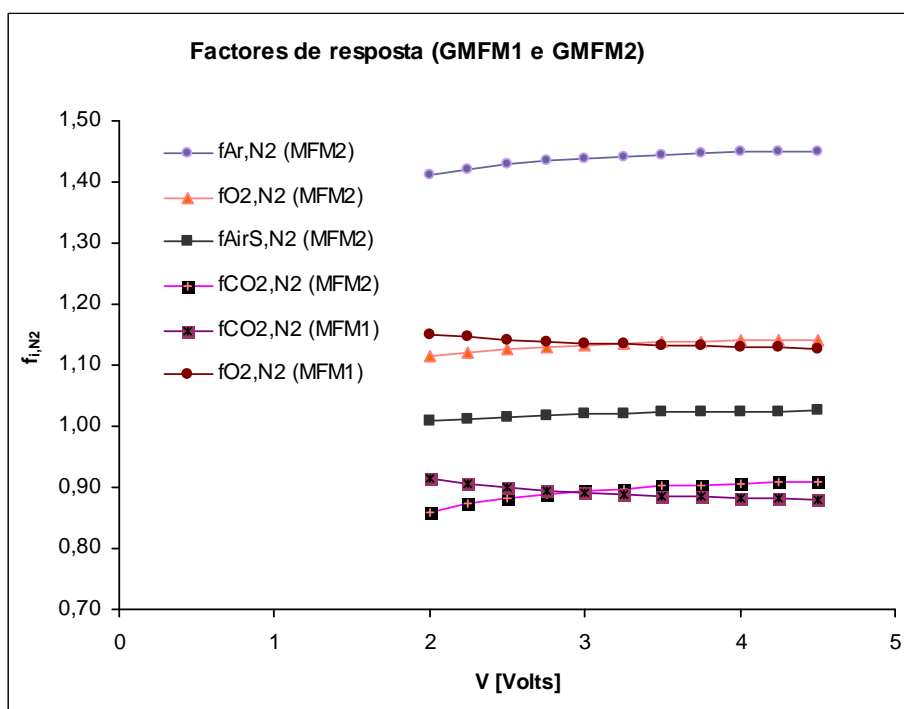


Figura 6.2 – Resultado dos factores de resposta obtidos para o GMFM1 e GMFM2

Tabela 6.1 – Comparação dos factores de resposta obtidos com valores de literatura

Nome	Símbolo	Factor de resposta					
		BRONKHORST (1999) (@ 20 °C e 1,013 hPa)	M+W Instruments (2008) (@ 0 °C e 1,013 hPa)	Matos e Ferreira (2009) <sup>38</sup> (@ 20 °C e 1,013 hPa)		Rodrigues (2009) <sup>39</sup> (@ 25 °C e 1,013 hPa)	
				GMFM1 (Omron)	GMFM2 (Honeywell)	GMFM1 (Omron)	GMFM2 (Honeywell)
Air	Air	1,00	1,00	1,06	1,04	-	1,02
Amónia	NH <sub>3</sub>	0,77	0,77	-	-	-	-
Argon	Ar	1,40	1,40	1,53	1,43	-	1,44
Butano	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	0,25	0,25	-	-	-	-
Dióxido de Carbono	CO <sub>2</sub>	0,74	0,74	0,85	0,92	0,89	0,89
Monóxido de Carbono	CO	1,00	1,00	-	-	-	-
Cloro	CL <sub>2</sub>	0,82	-	-	-	-	-
Helio	He	1,41	1,41	-	-	-	-
Hidrogénio	H <sub>2</sub>	1,01	1,01	-	-	-	-
Ácido Clorídrico	HCl	0,99	0,99	-	-	-	-
Ácido Bromídico	HBr	0,98	-	-	-	-	-
Ácido Fluorídrico	HF	0,96	-	-	-	-	-
Sulfureto de Hidrogénio	H <sub>2</sub> S	0,82	-	-	-	-	-
Isobutileno	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub>	0,28	0,34	-	-	-	-
Metano	CH <sub>4</sub>	0,76	0,76	-	-	-	-
Oxido de azoto	NO	0,97	0,97	-	-	-	-
Azoto	N <sub>2</sub>	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Dióxido de Azoto	NO <sub>2</sub>	0,74	-	-	-	-	-
Óxido Nitroso	N <sub>2</sub> O	0,71	-	-	-	-	-
Oxigénio	O <sub>2</sub>	0,98	0,98	1,15	1,15	1,14	1,13
Ozono	O <sub>3</sub>	0,70	-	-	-	-	-
Propano	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	0,34	0,34	-	-	-	-
Propeno	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>	0,40	0,60	-	-	-	-
Dióxido de Enxofre	SO <sub>2</sub>	0,68	-	-	-	-	-

<sup>38</sup> Valores médios obtidos entre 25 e 90% da gama de medição do GMFM, ou seja entre 2 e 4,5 volt.

<sup>39</sup> Ver nota 38.

### 6.3 VALIDAÇÃO DAS INCERTEZAS DE MEDIÇÃO

Para os sensores que foram feitas calibração dinâmica e calibração simples, é possível fazer a avaliação da calibração e validação das incertezas de medição obtidos através do método  $Z' = Z' - score$  e  $E_n = Erro Normalizado$  baseado na ISO 13528:2005 [Dias, 2008; Eurolab, 2008; Rodrigues *et. al.*, 2009].

O parâmetro  $Z' - score$  é calculado de acordo com a seguinte equação,

$$Z' = \frac{(x_D - x_S)}{\sqrt{U_S^2 + \sigma^2}} \quad (\text{Eq. 6.4})$$

Onde,  $x_D$  é o valor obtido através do método de calibração dinâmica,  $x_S$  é o valor obtido através da calibração simples com recurso a equipamentos padrão ou a CRM,  $U_S$  é a incerteza de medição calculada na calibração simples e  $\sigma$  é o desvio padrão que para este estudo, foi assumido como tendo uma distribuição rectangular de largura, 2a, com um EMA de 2% do valor medido de  $x_S$ , dado pela equação seguinte,

$$\sigma = \frac{x_S \left( \frac{EMA}{100} \right)}{\sqrt{3}} \quad (\text{Eq. 6.5})$$

O  $Z'$  classifica a performance do método de calibração da seguinte forma,

$$\begin{aligned} |Z'| \leq 2 & \quad \text{satisfatório} \\ |Z'| > 2 & \quad \text{insatisfatório} \end{aligned}$$

No caso de serem calculadas as incertezas para ambos os métodos de calibração é possível fazer a avaliação através do  $Erro Normalizado (E_n)$  de acordo com a equação,

$$E_n = \frac{(x_D - x_S)}{\sqrt{U_D^2 + U_S^2}} \quad (\text{Eq. 6.6})$$

Onde,  $U_D$  é a incerteza da medição calculada na calibração dinâmica.

O  $E_n$  classifica a performance do método de calibração da seguinte forma,

$$|E_n| \leq 1 \text{ satisfatório}$$

$$|E_n| > 1 \text{ insatisfatório.}$$

A Tabela 6.2 apresenta os resultados da aplicação desta metodologia de avaliação das incertezas de medição às calibrações simples e calibrações dinâmicas efectuadas ao sensor de  $O_2$  – electroquímica,  $CO_2$  – NDIR e GMFM3.

Tabela 6.2 – Resultados da validação das incertezas de medição

Sensor	V [volt]	$x_S$	$U_S$	$x_D$	$U_D$	$\sigma$	$Z - score$	$E_n$
$O_2$ - Electroquímica		0,315	4,03	0,13	3,52	0,14	0,047	-3,7
	[%v/v]	2,027	20,93	0,15	20,60	0,70	0,242	-1,2
$CO_2$ - NDIR		1,137	4,02	0,13	4,24	0,17	0,046	1,6
	[%v/v]	3,994	14,93	0,22	15,46	0,54	0,172	1,9
GMFM3		2,000	6,135	0,147	6,388	0,358	0,071	1,5
		2,500	9,145	0,219	9,197	0,524	0,106	0,2
Honeywell [g·min <sup>-1</sup> ]		3,000	12,154	0,292	12,006	0,684	0,140	-0,5
		3,500	15,163	0,364	14,815	0,844	0,175	-0,9
		4,000	18,173	0,436	17,624	1,005	0,210	-1,1

## **7 DISCUSSÃO E CONCLUSÕES**

### **7.1 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS**

Recentemente, assistiu-se uma reorientação na interpretação dos resultados de medição, de uma perspectiva determinística para uma perspectiva probabilística [GUM, 1994; Ribeiro, 2007]. Esta redefinição pressupõe que o resultado de uma medição apenas esteja completa quando acompanhada da respectiva incerteza de medição. Pretende-se que a incerteza de medição, que quando fundamentada com ferramentas adequadas à sua obtenção, possa caracterizar razoavelmente a exactidão do resultado de uma medição.

É reconhecido que a metodologia de cálculo de incertezas de medição proposta pelo GUM apresenta algumas limitações, surgindo a partir de 2007 algumas publicações com metodologias alternativas, como é o caso da metodologia do MMC [Ribeiro, 2007]. No entanto, tendo em conta os objectivos deste trabalho, a metodologia GUM revelou-se adequada. Não foram consideradas correlações (ou estas foram consideradas desprezáveis) entre as grandezas de entrada para as calibrações efectuadas.

Este trabalho consistiu no desenvolvimento de um sistema de medição a partir de uma infra-estrutura já existente no laboratório. O sistema de medição actual contempla um dispositivo de diluição dinâmica de gases, um dispositivo de preparação de misturas gasosas a partir de vapores e um sistema para monitorização de um processo biológico de tratamento de resíduos. O sistema de medição encontra-se operacional e calibrado do ponto de vista metrológico.

#### **7.1.1 CALIBRAÇÃO DO SENSOR DE TEMPERATURA, TERMOPAR**

O sistema de medição incorpora uma placa de multiplexagem que suporta sete termopares, a mesma placa possui um circuito de temperatura de referência, CJC. Para medição, é utilizado um termopar tipo K, que foi calibrado pelo método da comparação com sensores de temperatura de referência num banho termo-estabilizado.

Apesar da gama de medição ser muito mais alargada, devido a condicionantes de ordem técnica, apenas foi possível calibrar o sensor na gama [273 a 323 K], a incerteza obtida

na calibração é constante ao longo da gama de medição, igual a 1,2 K, o erro máximo de medição é de 0,3 K, podendo assumir que na gama de calibração o EMA é de 1,5 K.

#### 7.1.2 CALIBRAÇÃO DO SENSOR DE PRESSÃO

O sensor de pressão absoluta permite ler a pressão atmosférica no local onde decorre o processo ou no interior do circuito pneumático. Este sensor foi comparado, em condições de repetibilidade e reprodutibilidade com a pressão atmosférica na zona de Aveiro, disponibilizada pelo Departamento de Física da Universidade de Aveiro [URL 1].

O sensor de pressão foi calibrado com recurso a um sistema “calibrador de pressão” para uma gama de -50 e + 50 hPa relativamente ao valor da pressão atmosférica na data e local da calibração, que corresponde à gama [960 a 1060 hPa].

A incerteza de calibração obtida, 60 Pa, é constante ao longo da gama e o erro máximo de histerese é de 40 Pa, podendo assumir que na gama de calibração o EMA é de 1 hPa.

#### 7.1.3 CALIBRAÇÃO DE GMFM

O sistema de diluição de gases incorpora 3 GMFM, GMFM1 (0 a 1 l·m<sup>-1</sup>), GMFM2 (0 a 5 l·m<sup>-1</sup>), GMFM3 (0 a 20 l·m<sup>-1</sup>) que foram calibrados em toda a gama de medição.

O GMFM1 foi calibrado para os gases, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> e CO<sub>2</sub>, o GMFM2 para N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, Ar e AirS e o GMFM3 para AirS. Para todas as calibrações foi determinado o modelo de resposta para cada gás (GMFM1 – quadrático, GMFM2 – linear e GMFM3 – linear). As calibrações foram efectuadas com recurso a um caudalímetro de referência, as incertezas de calibração obtidas são aproximadamente constantes ao longo da gama de medição, 2,5 % do caudal medido, influenciadas essencialmente pela incerteza do caudalímetro de referência.

#### 7.1.4 CALIBRAÇÃO DINÂMICA DO SENSOR DE O<sub>2</sub>, ELECTROQUÍMICA E SENSOR DE CO<sub>2</sub>, NDIR

Os sensores de O<sub>2</sub> (electroquímica) e CO<sub>2</sub> (NDIR) foram calibrados com recurso ao dispositivo de diluição dinâmica de gases desenvolvido. As calibrações foram efectuadas para vários pontos ao longo da gama de medição, O<sub>2</sub> [0 a 25 %v/v] e CO<sub>2</sub> [0 a 20 %v/v] sendo que para ambos os sensores, os modelos de resposta são lineares. As calibrações

foram efectuadas com recurso a gases puros ( $O_2$  e  $CO_2$ , o  $N_2$  foi usado como ar de diluição), e aos GMFM1 e GMFM2 previamente calibrados.

As incertezas da calibração variam entre 4 % da concentração no início da gama de medição e 3 % da concentração no final da gama de medição, influenciadas principalmente pela incerteza da geração dinâmica da concentração padrão.

#### 7.1.5 CALIBRAÇÃO DINÂMICA E CALIBRAÇÃO SIMPLES

O GMFM3, o sensor de  $O_2$  e o sensor de  $CO_2$  foram calibrados pelas metodologias de calibração dinâmica e calibração simples. O objectivo de ambas as calibrações passou essencialmente pela avaliação e validação dos modelos teóricos de diluição dinâmica desenvolvidos no laboratório assim como a validação das incertezas de medição.

Para ambas as metodologias de calibração foram calculadas as incertezas, o que permitiu usar as metodologias de avaliação,  $Z'$  – score e Erro Normalizado para comparar os resultados obtidos. Do resultado desta avaliação a calibração dinâmica do GMFM3 foi satisfatória para todos os pontos de calibração. Cada um dos sensores,  $O_2$  e  $CO_2$  foi calibrado com recurso a duas misturas com concentrações certificadas, CRM. Para o sensor de  $CO_2$  a comparação entre as duas metodologias de calibração foi satisfatória.

Para o sensor de  $O_2$ , o resultado da avaliação foi satisfatório para CRM de concentração alta, mas insatisfatório para o CRM de concentração baixa. Isto poderá indicar que as incertezas de medição poderão ser maiores que as obtidas, ou o facto de este CRM conter outros gases que poderão causar interferências a este sensor electroquímico.

#### 7.1.6 RASTREABILIDADE DAS MEDIÇÕES

Para os vários sensores de medida incorporados (temperatura, pressão, caudal,  $CO_2$  e  $O_2$ ) foram desenvolvidos procedimentos de calibração e foram realizadas calibrações, na medida do possível com recurso a equipamentos padrão ou CRM, de forma a garantir ligações às cadeias de rastreabilidade nacionais e internacionais. A informação contida nos respectivos certificados de calibração foi utilizada para calcular as respectivas incertezas de medição.

#### 7.1.7 FACTORES DE RESPOSTA DOS GMFM

Para o GMFM1 e GMFM2 calibrados com diferentes gases puros foram determinados os factores de resposta em relação a um gás de referência ( $N_2$ ) [Ferreira, 2008; Matos e Ferreira, 2009], para os quais foi considerada a gama de medição dos GMFM em que o valor é aproximadamente constante. Nesta gama os resultados são concordantes com resultados obtidos anteriormente no laboratório, no entanto, para alguns gases os resultados são diferentes dos dados da literatura.



## 7.2 PERSPECTIVAS DE TRABALHO FUTURO

Como foi referido, a informação sobre o resultado de uma medição apenas está completa quando acompanhado pela incerteza de medição. A metodologia de cálculo de incertezas proposta pelo GUM é adequada para o tipo de medições e calibrações efectuadas no laboratório no âmbito do desenvolvimento de sensores e sistemas de medição, não obstante o facto de ser necessário recorrer a equipamentos padrão e sistemas de referência devidamente calibrados, como por exemplo, os contadores de gás húmido, as balanças, entre outros.

Efectivamente, os resultados de uma calibração são válidos apenas no momento da calibração. Ou seja, nada é possível concluir sobre os resultados da medição se for alterada a variável, tempo. Uma forma expedita de validar as incertezas de medição ao longo do tempo é especificar limites adequados como por exemplo, EMA ou CA, onde  $CA \geq |Erro| + |Incerteza|$  para cada sensor de medida. Os limites definidos devem ser mantidos sempre válidos, com base nestes, devem ser estabelecidas periodicidades de calibração adequadas para cada sensor.

Os equipamentos de medição desenvolvidos poderão ainda, suportar outros sensores de medida da composição gasosa, como por exemplo, sensor de H<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>S, ou outros.

Um trabalho necessário no desenvolvimento de sistemas de medição é a elaboração de manuais técnicos para apoio à sua utilização, estes deverão contemplar informação de todos os componentes, sistema pneumático, sistema eléctrico, software associado, procedimentos de utilização e calibração.

A calibração de sensores de medida de gases, envolvendo vapores (nomeadamente, vapor de água e NH<sub>3</sub>) com base no modelo de evaporação desenvolvido em Ferreira (2008) pressupõe a sua validação. Uma forma de validar as condições de evaporação, equilíbrio e medição é a avaliação da cadeia metrológica. Para tal, recomenda-se que os instrumentos utilizados no processo de medição sejam também previamente calibrados.

Será ainda, um trabalho interessante estudar quais são as propriedades termo-físicas de cada gás que influenciam os factores de resposta dos GMFM.

Uma oportunidade de melhoria que poderá ser introduzida no laboratório trata-se da utilização e adequação dos termos utilizados no campo da metrologia com o VIM, uma vez que, este documento foi recentemente disponibilizado gratuitamente pelo BIPM e IPQ.

### 7.3 CONCLUSÕES

A metodologia de cálculo de incertezas proposta pelo GUM adequa-se aos trabalhos desenvolvidos no laboratório (onde este trabalho decorreu) relativos ao desenvolvimento de sistemas de medição.

Foi desenvolvido um sistema de medição que contempla um dispositivo de diluição de gases, um dispositivo para preparação de misturas gasosas a partir de vapores e um sistema de medição de gases no processo de tratamento biológico de resíduos, o sistema de medição encontra-se operacional e os vários sensores que o constituem foram calibrados.

Foram calibrados três GMFM com diferentes gamas de medição para vários gases puros (Ar, CO<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>) e misturas (AirS), foi efectuada ainda a calibração de um sensor de temperatura, um sensor de pressão barométrica, um sensor de O<sub>2</sub> e um sensor de CO<sub>2</sub>. Para todas as calibrações foram calculadas as respectivas incertezas. Os modelos de calibração dinâmica de sensores de composição gasosa e calibração dinâmica de GMFM de grande capacidade, foram avaliados através da metodologia Z' – score e Erro Normalizado, os resultados, em geral foram satisfatórios quando comparados com as metodologias de calibração simples (metodologia tradicional).

O procedimento de avaliação das incertezas associadas à calibração dinâmica, revelou-se mais complexo quando comparada com a avaliação das incertezas na calibração simples, isto, devido à complexidade do modelo desenvolvido, no entanto, mesmo nestas situações a metodologia descrita no GUM apresenta-se como bastante consistente.

Para os GMFM calibrados com vários gases puros foram determinados os factores de resposta em relação a um gás de referência (N<sub>2</sub>), estes resultados revelaram-se concordantes com resultados obtidos anteriormente no laboratório, pelo que poderão ser utilizados nos modelos matemáticos desenvolvidos, no entanto, para alguns gases os resultados são distintos dos valores apresentados na literatura. Este facto, poderá indicar que os factores de resposta dos GMFM dependem, para além da gama de medição, da composição do gás (propriedades termo-físicas), também da tecnologia utilizada e pelas várias marcas destes dispositivos existentes no mercado.

O recurso a factores de resposta num modelo de calibração dinâmica apresenta vantagens, no entanto, uma vez que o modelo matemático (função de medição) fica mais complexo, aumentarão também as incertezas na calibração.

## Referências Bibliográficas

- BECKER, P., BIÈVRE, P., FUJII, K., GLAESER, M., INGLIS, B., LUEBBIG, H. MANAS, G. (2007) – “Considerations on future redefinitions of the kilogram, the mole and of other units” *Metrologia* 44, 1 – 14.
- BELL, S. (1999) – “A Beginner’s Guide to Uncertainty of Measurement”, National Physical Laboratory, Measurement Good Practice Guide No. 11, ISSN 1368-6550.
- BIPM (2006) – “The International System of Units” 8<sup>th</sup> edition, Organisation Intergouvernementale de la Convention du Mètre.
- BRONKHORST HIGH-TECH B.V. (1999) – “Instructions Manual, Mass Flow/Pressure Meters and controllers for Gas and Liquids” 9.17.001 B.
- CABRAL, P. (1994) – “Metrologia Industrial, Uma função de gestão de qualidade” Instituto Electrotécnico Português, Depósito Legal 74242/04.
- CABRAL, P. (2004) – “Erros e Incertezas nas Medições” Instituto Electrotécnico Português, Instituto Superior de Engenharia do Porto.
- CASTANHO, M., LINK, W., PEREIRA, M. (2003) – “Validação de calibração de termopares pelo método da ponte (Pontos do Ouro e do Paládio)” *Sociedade Brasileira de Metrologia*, 1-5 Setembro, Recife.
- CODATA (2005) – “Recommended values of the fundamental physical constants: 2002”, NIST SP 961.
- DEVATINE, A., MIETTON-PEUCHOT, M. (2009) – “A Mathematical approach for oxygenation using micro bubbles. Application to the micro-oxygenation of wine” *Chemical Engineering Science* 64, 1909-1917.
- DIAS, F. (2008) – “Comparação intelaboratorial, Ensaio de aptidão - Emissões de gases. Determinação da concentração de misturas gasosas CO em N<sub>2</sub>”, REL/ECI/EG/1-08, RELACRE/IPQ, Portugal.
- DIETRICH, C. (1991) – “Uncertainty, Calibration and Probability: The Statistics of Scientific and Industrial Measurement” 2<sup>nd</sup> edition, Adam Hilger Bristol, Philadelphia and New York.
- ELLISON, S., BARWICK, V. (1997) – “Estimating measurement uncertainty: reconciliation using a cause and effect approach” 2<sup>nd</sup> EURACHEM Workshop on Measurement Uncertainty in Chemical Analysis, 29-30 de Setembro, Berlim.
- ELLISON, S., WILLIAMS, A. (2007) – “Use of uncertainty information in compliance assessment” 1<sup>st</sup> edition, Eurachem/CITAC Guide.
- ELSTER, C., WÖGER, W., COX, M. (2007) – “Draft GUM Supplement 1 and Bayesian analysis” *Metrologia* 44, 31-32.
- EUROPEAN CO-OPERATION FOR ACCREDITATION OF LABORATORIES (1999) – “EA-4/02: Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration” Paris.
- EUROPEAN CO-OPERATION FOR ACCREDITATION OF LABORATORIES (2003) – “EA-4/16 EA guidelines on the expression of uncertainty in quantitative testing”.
- EURAMET (2007) – “Calibration of Thermocouples” Calibration Guide cg-08/v.01, European Association of National Metrology Institutes.

- EUROLAB (2002) – “Measurement Uncertainty in Testing” Technical report nº1, European Federation of National Association Measurement, Testing and Analytical Laboratories, Berlin.
- EUROLAB (2006) – “Guide to the evaluation of measurement uncertainty for quantitative test results” Technical report nº1, European Federation of National Association Measurement, Testing and Analytical Laboratories, Paris.
- EUROLAB (2007) – “Measurement uncertainty revised: Alternative approaches to uncertainty evaluation” Technical report nº1, European Federation of National Association Measurement, Testing and Analytical Laboratories, Paris.
- EUROLAB (2008) – “The Eurolab Cooking-Book” European Federation of National Association Measurement, Testing and Analytical Laboratories.
- FERREIRA, V. (2008) – “Desenvolvimento de um Sistema de Monitorização para um Processo de Compostagem”, Universidade de Aveiro, Aveiro, Tese de Mestrado.
- FILIFE, E. (2004) – “Validação dos Métodos de Calibração nos Laboratórios Nacionais de Metrologia” IPQ.
- FINKELSTEIN, L. (2003) – “Widely, strongly and weakly defined measurement” Measurement 34, pp. 39-48.
- GUM (1995) – “Guide to the expression of the uncertainty in measurement”, BIPM/IEC/IFCC/ISO/OIML/IUPAC.
- HOWARTH, P., REDGRAVE F. (2008) – “Metrology in Short” 3<sup>rd</sup> edition, EURAMET.
- IMERA (2007) – “European Metrology Research Programme”.
- “International Standard Thermocouple Tables for Nickel-chromium/Nickel-aluminium – Reference Junction at 0°C”, Thermocouple and Resistance Thermometry Data Book, Chesterfield, England.
- ISO 6145 – 1 (2003) – “Gas analysis – Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods – Part 1: Methods of calibration” 2<sup>nd</sup> edition, International Organization for Standardization, Geneva.
- ISO 6145 – 7 (2009) – “Gas analysis – Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods – Part 7: Thermal mass-flow controllers” 2<sup>nd</sup> edition, International Organization for Standardization, Geneva.
- JCGM 100 (2008) – “Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement”, IPM/IEC/IFCC/ILAC/ISO/IUPAC/IUPAP/OIML.
- JCGM 101 (2008) – “Evaluation of measurement data — Supplement 1 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” — Propagation of distributions using a Monte Carlo method” 1<sup>st</sup> edition, BIPM.
- JCGM 200 (2008) – “International Vocabulary of Metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM)” BIPM.
- KIVILAAKSO, J., PITKAKOSKI, a., VALLI, J., JOHNSON, M., INAMOTO, N., AUKIA, A., SAITO, M. (2006) – “Calibration Book” VAISALA, Finland.
- M3003 (2007) – “The Expression of Uncertainty and Confidence in Measurement” 2<sup>nd</sup> edition, UKAS.
- MADEIRA, A., DIAS, F., FILIFE, E. (2009) – “Environmental and pollutant gas analysers” XIX IMEKO World Congress, 6-11 Setembro, Lisboa, Portugal.

- MAGNUNSSON, B. (2004) – “Handbook for calculation of measurement uncertainty in environmental laboratories” 2<sup>nd</sup> edition, NORDTEST, Finland.
- MATOS, A. (1995) – “Formação e redução de NO<sub>x</sub> na combustão de coque em leito fluidizado” Universidade de Aveiro, Aveiro, Tese de Doutoramento.
- MATOS, M., FERREIRA, V. (2009) – “Gas Mass Flow Meters: Principles and applications” submetido.
- MILTON, J., WILLIAMS, J., BENNETT, J. (2007) – “Modernizing the SI: towards an improved, accessible and enduring system” Metrologia 44, 356–364.
- M+W Instruments, (2008) – “Analogue and digital Mass Flow Meters and Controllers for Gases” Mass-Stream®, M+W Instruments GmbH, Germany.
- NORDTEST (2002) – “Uncertainty - to a certain level”, Norden, Nordic Innovation Center. Oslo.
- NP EN ISO 10012 (2005) – “Sistemas de gestão da medição – “Requisitos para processos de medição e equipamentos de medição”, Lisboa, IPQ.
- NP EN ISO/IEC 17025 (2005) – “Requisitos gerais de competência para laboratórios de ensaio e calibração” Lisboa, IPQ.
- OLIVEIRA, R., CEPÊDA, T.(2006) – “Desenvolvimento de sistemas de instrumentação aplicados em processos de controlo da emissão de poluentes gasosos”, Projecto, Universidade de Aveiro, Aveiro.
- “PCLD – 779 Multiplexer and Amplifier Board”, (1992), User’s Manual, Advantech Co., Ltd.
- PEREIRA, Z., REQUEIJO, J. (2008) – “Qualidade, Planeamento e Controlo Estatístico de Processos” Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa, Prefácio.
- PERRY, R., GREEN, D. (1984) – “Perry's Chemical Engineers Handbook”, 6<sup>th</sup> edition, McGraw Hill.
- RESTIVO, M., ALMEIDA, F., CHOUZAL, M., MENDES, J. e LOPES, A. (2008) – “Laboratórios de instrumentação para medição”, CD – Rom eBook, ISBN 978-972-8025-67-0, Editora UP.
- RIBEIRO, A. – “Avaliação de Incertezas de Medição em Sistemas Complexos Lineares e Não-Lineares” Laboratório Nacional de Engenharia Civil, Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, Tese de Doutoramento.
- RODRIGUES, N., GOMES, P., FERNANDES, E., FERREIRA, C., SAMPAIO, J. (2009) – “Gas analyzers calibration by dynamic dilution for monitoring air pollution and air emissions” XIX IMEKO World Congress, Fundamental and Applied metrology, 6-11 September, Lisbon.
- TAYLOR, B., KUYATT, C. (1994) – “Guidelines for evaluating and expressing the uncertainty of NIST Measurement Results” Technical Note 1297, NIST.
- TAYLOR, B., THOMPSON, A. (2008) – “The International System of Units (SI)” Special Publication 330, NIST.
- UKAS: LAB.12 (2000) – “The Expression of Uncertainty in Testing” 1<sup>st</sup> edition, UKAS.
- VAISALA Oyj (1998) – “HMM211 RH & T/Td Module for Environmental Chambers” User’s Guide.
- VAISALA Oyj (2006) – “Vaisala BAROCAP ® Barometer Module PMB 100” User’s Guide.
- VIM (2008) – “Vocabulário Internacional de Metrologia, Conceitos Básicos, Conceitos Gerais, Termos Associados” Guia ISO/IEC 99, Versão Portuguesa, 3ª edição, IPQ.
- WILBRING, P., SCHMAEH, M. (2001) – “A Portable Calibration Gas Generator for H<sub>2</sub>O, HCl, NH<sub>3</sub> and Mercury” International Conference on Emissions Monitoring, 25-27 de Abril, Holanda.

Sites visitados:

- [URL1]        <http://climetua.fis.ua.pt/previsao/portugal/d02/pressao.php?lang=pt>
- [URL2]        <http://physics.nist.gov>
- [URL3]        <http://www.bipm.org>
- [URL4]        <http://www.euramet.org>
- [URL5]        <http://www.eurolab.org>
- [URL6]        <http://www.european-accreditation.org>
- [URL7]        <http://www.fluidat.com>
- [URL8]        <http://www.ipac.pt>
- [URL9]        <http://www.ipq.pt>
- [URL10]       <http://www.mw-instruments.com>
- [URL11]       <http://www.spmet.com>
- [URL12]       <http://www.ukas.com>
- [URL13]       <http://www.precisive-instruments.com>

## Anexo A – Glossário

**Acreditação** – Reconhecimento formal de que um determinado laboratório é devidamente competente para efectuar testes específicos ou calibrações

**Ajuste** – Operação destinada a levar um instrumento de medição a um funcionamento adequado à sua utilização. O ajuste pode ser automático, semiautomático ou manual

**Avaliação de incertezas *tipo A*** – Avaliação de uma componente da incerteza de medição através da análise estatística dos valores medidos obtidos em condições de medição especificadas

**Avaliação de incertezas *tipo B*** – Avaliação de uma componente da incerteza de medição por outro processo que não uma avaliação tipo A

**Balanço de incerteza** – Formulação de uma incerteza de medição e das componentes dessa incerteza bem como dos seus cálculos e da sua combinação

**Cadeia de Rastreabilidade Metrológica** – Sequência de medições de padrões e calibrações que são usadas para relacionar o resultado de uma medição a um padrão primário

**Calibração** – Conjunto de operações que estabelecem, em condições especificadas, a relação entre valores de grandezas indicados por um instrumento de medição, ou valores representados por uma medida materializada ou um material de referência e os correspondentes valores realizados por padrões

**Certificado de Calibração** – Documento onde são registados os resultados de uma calibração, para o qual existem regras definidas na NP EN ISO/IEC 17025

**Confirmação metrológica** – Conjunto de operações necessárias para assegurar a conformidade de um equipamento de medição com os requisitos da utilização pretendida

**Condições de referência** – Condições de utilização prescritas para ensaios de funcionamento de um instrumento de medição ou para a comparação inter-laboratorial de resultados de medição

**Correcção** – Valor adicionado algebricamente a um incorrecto resultado de uma medição de forma a compensar um erro sistemático

**Correlação** – Interdependência ou relação entre dados ou quantidades medidas

**Desvio** – Valor de uma determinada quantidade subtraído do seu valor de referência

Desvio padrão experimental – Parâmetro que caracteriza a dispersão dos resultados obtidos numa série de  $n$  medições da mesma mensuranda em relação à média

Drift (estabilidade de longo termo) – Alteração lenta das características metrológicas de um instrumento de medição

Detector – Dispositivo ou substância que indica a presença de um fenómeno, sem necessariamente fornecer um valor de uma grandeza associada

Divisão – Parte de uma escala compreendida entre quaisquer duas referências sucessivas

Erro de histerese – Máximo desvio entre duas rectas de calibração de uma mensuranda, obtidas, uma de forma ascendente ao longo da escala e outra de forma descendente ao longo da escala de medição

Erro de medição – Diferença algébrica entre o resultado da medição e o valor verdadeiro da mensuranda

Erro relativo – Quociente do erro da medição pelo valor verdadeiro da mensuranda

Erro aleatório – Resultado da medição subtraído da média que resultaria de um número infinito de medições da mesma mensuranda em condições de repetibilidade

Erro sistemático – Componente do erro de medição que em condições de repetibilidade se mantém constante ou varia de uma forma previsível

Escala – Conjunto ordenado de referências com uma numeração associada que constitui parte do dispositivo indicador de um instrumento de medição

Erro máximo admissível ou Critério de aceitação – Valores extremos de um erro admitido pelas especificações, regulamentos, etc., relativos a um dado instrumento de medição

Estabilidade – Aptidão de um instrumento de medição para conservar no tempo as suas características metrológicas

Exactidão – Aproximação entre o resultado de uma medição e o valor verdadeiro da mensuranda, exactidão poderá ser ainda definida como a conjunção de precisão e veracidade de uma medição, de acordo com a Figura A. 1



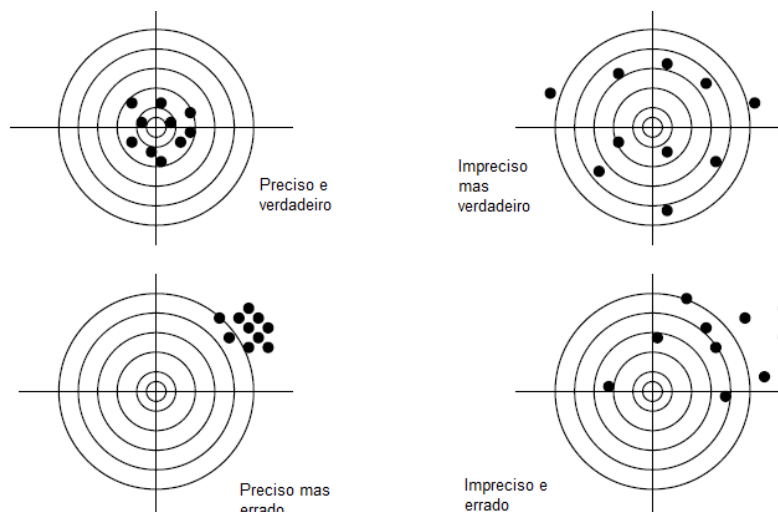


Figura A. 1 – Ilustração da definição de exactidão com base nos termos de veracidade e precisão

**Factor de correcção** – Factor numérico pelo qual se multiplica o resultado bruto da medição para compensar o erro sistemático

**Factor de expansão** – Número que, quando multiplicado pela incerteza padrão combinada, produz um intervalo (incerteza expandida) de distribuição de valores que podem ser razoavelmente atribuídas à mensuranda com um determinado grau de confiança

**Função de calibração** – Relação linear entre os valores dos padrões de referência e os valores dos instrumentos de medição assumindo um desvio padrão residual constante

**Função de medição** – Função das grandezas, cujo valor, quando calculado utilizando valores conhecidos das grandezas de entrada no modelo de medição, é um valor medido da grandeza de saída, no modelo de medição

**Gama de indicação** – Conjunto dos valores compreendidos entre as referências extremas

**Gama de medição** – Conjunto dos valores da mensuranda para os quais o erro do instrumento de medição é supostamente mantido entre determinados limites

**Gás span** – Gás de teste usado para ajustar ou verificar um ponto específico da linha de resposta de um sistema de medição

**Grandeza** – Propriedade de um fenómeno, corpo ou substância à qual pode atribuir-se um número e uma referência

Histórico de calibrações – Registos de calibrações sucessivas de um instrumento de medição, ao longo de um intervalo de tempo, de forma a permitir avaliar a estabilidade de longo termo do referido instrumento

Incerteza – Parâmetro obtido a partir de medições, que em conjunto com o resultado de uma medição caracteriza a dispersão dos valores que poderão ser razoavelmente atribuídos à mensuranda

Incerteza de medição – Parâmetro não negativo, associado ao resultado da medição, que caracteriza a dispersão dos valores que podem ser razoavelmente atribuídos à mensuranda

Incerteza Expandida – Produto da incerteza padrão multiplicada por um factor de expansão superior a um.

Instrumento de medição – Dispositivo destinado à execução da medição, isolado ou em conjunto com equipamentos suplementares

Intervalo de medição – Conjunto de valores de uma quantidade que podem ser medidos com um determinado instrumento de medição

Laboratório acreditado – Laboratório, ao qual lhe é reconhecida por entidades competentes nacionais e internacionais, a competência técnica, um sistema de gestão da qualidade adequado e imparcialidade, adequados ao âmbito da acreditação

Limite de detecção – Valor mínimo da mensuranda para a qual o instrumento de medição é capaz de medir com uma incerteza conhecida

Linearidade – Desvio máximo entre a função linear de calibração e o resultado de uma medição produzido por um sistema de medição calibrado

Material de referência certificado, CRM – Material de referência, acompanhado por um certificado, do qual uma ou mais propriedades são certificadas por um procedimento que estabelece a sua rastreabilidade a uma realização exacta da unidade, na qual os valores da propriedade se exprimem e para a qual cada um dos valores certificados é acompanhado de uma incerteza para um dado intervalo de confiança

Mensuranda – Grandeza que se pretende medir

Medição – Conjunto de operações que têm por objectivo determinar o valor de uma grandeza, o resultado de uma medição contempla normalmente duas partes, um número e a unidade da medição

Melhor capacidade de medição – A menor incerteza de medição que um laboratório pode obter dentro do seu âmbito de acreditação, quando executa calibrações de rotina ou perto das condições ideais de referência

Método primário – Método da mais alta qualidade metrológica, o qual, quando implementado pode ser descrito e compreendido completamente e para o qual a incerteza associada pode ser dada nas unidades SI, os resultados de um método primário podem ser aceites sem referência a outros padrões da quantidade a ser medida

Método de medição – Sequência lógica de operações utilizadas na execução de medições

Metrologia – Do grego “metron” que significa medição. Ciência da medição e suas aplicações

Metrologia fundamental – Esta definição é usada quando se refere ao mais exacto nível de medição numa determinada disciplina

Metrologia industrial – Assegura uma função adequada dos instrumentos de medição e padrões usados na indústria, processos e serviços

Metrologia Legal – Assegura a exactidão e confiança necessárias em medições que possam afectar a saúde pública, segurança, transparência de transacções financeiras, entre outras

Metrologia científica – Assegura o desenvolvimento e manutenção dos padrões

Nível de confiança – Probabilidade de o conjunto dos valores verdadeiros de uma mensuranda estar contido no intervalo de expansão especificado

Padrão – Medida materializada, instrumento de medição, material de referência ou sistema de medição destinado a definir, conservar ou reproduzir uma unidade, ou um ou mais valores de uma grandeza para servirem de referência

Padrão internacional – Padrão reconhecido por um acordo internacional para servir de base internacional à fixação dos valores de outros padrões da grandeza a que respeita

Padrão nacional – Padrão reconhecido por uma determinação legal nacional para servir de base, num país, à fixação dos valores e outros padrões da grandeza a que respeita

Padrão primário – Padrão que é designado ou é largamente reconhecido como possuindo as mais elevadas qualidades metrológicas, e cujo valor é aceite sem referência a outros padrões da mesma grandeza

**Padrão de referência** – Padrão, em geral da mais elevada qualidade metrológica disponível num dado local, ou organização, do qual derivam as medições efectuadas

**Padrão de trabalho** – Padrão que é utilizado correntemente para calibrar ou verificar medidas materializadas e instrumentos de medição

**Período de calibração** – Intervalo de tempo entre duas calibrações sucessivas de um instrumento de medição

**Princípio de medição** – Fundamento científico da medição que se pretende efectuar (exemplo: efeito termoeléctrico utilizado para medição da temperatura, termopares)

**Procedimento de medição** – Conjunto de operações descritas pormenorizadamente, envolvidas na execução de uma medição particular, segundo um dado método

**Resultado de uma medição** – Valor atribuído a uma mensuranda, obtido na medição

**Rastreabilidade** – Propriedade do resultado de uma medição ou valor de um padrão que consiste em poder relacionar-se a referências determinadas, geralmente padrões nacionais ou internacionais, por intermédio de uma cadeia ininterrupta de comparações, tendo todas as incertezas determinadas

**Repetibilidade** – Aproximação entre os resultados de medições sucessivas da mesma mensuranda efectuadas nas mesmas condições de medição (mesmo procedimento de medição, mesmo observador, o mesmo local e repetições num curto espaço de tempo)

**Reprodutibilidade** – Aproximação entre os resultados de medições sucessivas da mesma mensuranda efectuadas com alteração das condições de medição (as alterações poderão incluir, princípios de medição, método de medição, observador, equipamentos de medição, materiais de referência, local, tempo)

**Resolução** – Menor diferença entre indicações de um dispositivo indicador que se podem distinguir significativamente

**Sensibilidade** – Quociente de variação da resposta do instrumento de medição pela variação correspondente do estímulo

**Sensor** – Elemento de um instrumento de medição ou de uma cadeia de medição que é directamente afectado pela mensuranda

**Sistema de gestão da medição** – Conjunto de elementos interrelacionados ou interactuantes, necessários para obter a confirmação metrológica e o controlo contínuo de processos de medição

Sistema de medição – conjunto de um ou mais instrumentos de medição, incluindo outros dispositivos associados e adaptados para fornecer informação para gerar valores medidos dentro de intervalos específicos para grandezas de uma determinada natureza

Sistema de medição automática – Sistema de medição instalado “in situ” para uma monitorização em contínuo de processos e emissões

Sistema Internacional de Unidades – Sistema coerente de unidades adoptado pela Conferência Geral de Pesos e Medidas

Tempo de resposta – Tempo que leva um sistema de medição a responder a uma alteração instantânea da grandeza a medir

Unidade – Grandeza física particular, definida e adoptada por convenção, com a qual outras grandezas da mesma natureza são comparadas, com vista a exprimirem a sua magnitude relativamente a essa grandeza

Unidade de base – Unidade de medida que é adoptada por convenção para uma grandeza de base

Validação – Verificação de que os requisitos especificados são adequados para um determinado uso

Variância – Medida da dispersão de um conjunto de medições

Valor nominal – Valor arredondado ou aproximado de uma característica de um instrumento de medição, para auxiliar a sua utilização

Valor verdadeiro – Valor consistente com a definição de uma dada grandeza particular

## Anexo B – Sistema Internacional de Unidades

O Sistema Internacional de Unidades (SI) é composto por sete unidades base assumidas como mutuamente independentes. Na Tabela B. 1 são apresentadas as unidades de base, nomes, símbolos e respectivas unidades do SI.

Tabela B. 1 – Unidades base do SI

Grandeza de base		Unidade de base	
Nome	Símbolo	Nome	Símbolo
Comprimento	$l, x$	metro	m
Massa	$m$	quilograma	kg
Tempo	$t$	segundo	s
Intensidade de corrente eléctrica	$I, i$	ampere	A
Temperatura termodinâmica	$T$	kelvin	K
Quantidade de matéria	$n$	mole	mol
Intensidade luminosa	$I_v$	candela	cd

O SI possui ainda 22 unidades derivadas apresentadas na Tabela B. 2 que podem ser expressas a partir das unidades de base através dos símbolos matemáticos de multiplicação e de divisão. As unidades de base coerentes expressam-se como produtos de potências das unidades base que não incluam factores numéricos diferentes de 1. Por conveniência a algumas unidades derivadas foram atribuídos nomes e símbolos especiais que, por sua vez podem ser utilizados com os símbolos de outras unidades de base ou derivadas para exprimir unidades de outras grandezas [BIPM, 2006; Cabral, 1994; Taylor, 2008; URL 9].

Tabela B. 2 – Unidades derivadas do SI com nomes e símbolos especiais

Grandeza	Unidade derivada do SI			
	Nome	Símbolo	Expressa em termos de outras unidades SI	Expressa em termos de unidades base SI
Ângulo plano	gradiano	rad	1	$\text{m} \cdot \text{m}^{-1}$
Ângulo sólido	esterradiano	sr	1	$\text{m}^2 \cdot \text{m}^{-2}$
Frequência	hertz	Hz		$\text{s}^{-1}$
Força	newton	N		$\text{m} \cdot \text{kg} \cdot \text{s}^{-2}$
Pressão, tensão	pascal	Pa	$\text{N} \cdot \text{m}^{-2}$	$\text{m}^{-1} \cdot \text{kg} \cdot \text{s}^{-2}$
Energia, trabalho, quantidade de calor	joule	J	$\text{N} \cdot \text{m}$	$\text{m}^2 \cdot \text{kg} \cdot \text{s}^{-2}$
Potência, fluxo energético	watt	W	$\text{J} \cdot \text{s}^{-1}$	$\text{m}^2 \cdot \text{kg} \cdot \text{s}^{-3}$
Quantidade de electricidade, carga eléctrica	coulomb	C		$\text{s} \cdot \text{A}$
Diferença de potencial eléctrica, força electromotriz	volt	V	$\text{W} \cdot \text{A}^{-1}$	$\text{m}^2 \cdot \text{kg} \cdot \text{s}^{-3} \cdot \text{A}^{-1}$
Capacidade eléctrica	farad	F	$\text{C} \cdot \text{V}^{-1}$	$\text{m}^{-2} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{s}^4 \cdot \text{A}^2$
Resistência eléctrica	ohm	$\Omega$		$\text{m}^2 \cdot \text{kg} \cdot \text{s}^{-3} \cdot \text{A}^{-2}$
Condutância eléctrica	siemens	S	$\text{A} \cdot \text{V}^{-1}$	$\text{m}^{-2} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{s}^3 \cdot \text{A}^2$
Fluxo magnético	weber	Wb	$\text{V} \cdot \text{s}$	$\text{m}^2 \cdot \text{kg} \cdot \text{s}^{-2} \cdot \text{A}^{-1}$
Densidade de fluxo magnético	tesla	T	$\text{Wb} \cdot \text{m}^{-2}$	$\text{kg} \cdot \text{s}^{-2} \cdot \text{A}^{-1}$
Indutância	henry	H	$\text{Wb} \cdot \text{A}^{-1}$	$\text{m}^2 \cdot \text{kg} \cdot \text{s}^{-2} \cdot \text{A}^{-2}$
Temperatura Celsius	grau Celsius	$^{\circ}\text{C}$		K
Fluxo luminoso	lúmen	lm	$\text{cd} \cdot \text{sr}$	cd
Iluminação	lux	lx	$\text{lm} \cdot \text{m}^{-2}$	$\text{m}^{-2} \cdot \text{cd}$
Actividade (de uma fonte radioactiva)	becquerel	Bq		$\text{s}^{-1}$
Dose absorvida	gray	Gy	$\text{J} \cdot \text{kg}^{-1}$	$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-2}$
Dose equivalente	sievert	Sv	$\text{J} \cdot \text{kg}^{-1}$	$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-2}$
Actividade catalítica	katal	kat		$\text{s}^{-1} \cdot \text{mol}$

Existem ainda um conjunto de unidades fora do SI que, em casos específicos é reconhecida a sua aplicabilidade em conjunto com o SI, alguns exemplos são apresentados na Tabela B. 3 [BIPM, 2006; Cabral, 1994; Taylor, 2008; URL 9].

Tabela B. 3 – Unidades fora do SI com utilidade corrente

Nome	Símbolo	Valor em unidade SI
minuto	min	1 min = 60 s
hora	h	1 h = 60 min = 3 600 s
dia	d	1 d = 24 h = 86 400 s
grau	°	1° = (π/180) rad
minuto	′	1′ = (1/60)° = (π/10 800) rad
segundo	″	1″ = (1/60)′ = (π/648 000) rad
litro	l ou L	1 l = 1 dm <sup>3</sup> = 10 <sup>-3</sup> m <sup>3</sup>
tonelada	t	1 t = 10 <sup>3</sup> kg
neper	Np	1 Np = 1
bel	B	1 B = (1/2) ln 10 (Np)
milha marítima		1 milha marítima = 1852 m
nó		1 milha marítima por hora = (1852/3600) m.s <sup>-1</sup> = 1,852 km.h <sup>-1</sup> = 0,5144 m.s <sup>-1</sup>
are	a	1 a = 1 dam <sup>2</sup> = 10 <sup>2</sup> m <sup>2</sup>
hectare	ha	1 ha = 1 hm <sup>2</sup> = 10 <sup>4</sup> m <sup>2</sup>
bar	bar	1 bar = 0,1 Mpa = 100 kPa = 1000 hPa = 10 <sup>5</sup> Pa
dioptria		1 dioptria = 1 m <sup>-1</sup>
carat métrico		1 carat métrico = 2 × 10 <sup>-4</sup> kg
tex	tex	1 tex = 10 <sup>-6</sup> kg · m <sup>-1</sup>
milímetro de mercúrio	mm Hg	1 mm Hg = 133,322 Pa

Nas CGPM foram adoptados uma série de prefixos (potências de 10) e símbolos de prefixos para formar os nomes e símbolos dos múltiplos e submúltiplos decimais das unidades SI apresentados na Tabela B. 4



Tabela B. 4 – Prefixos do SI

Múltiplos			Submúltiplos		
Factor	Nome	Símbolo	Factor	Nome	Símbolo
$10^{24}$	iota	Y	$10^{-1}$	deci	d
$10^{21}$	zeta	Z	$10^{-2}$	centi	c
$10^{18}$	exa	E	$10^{-3}$	mili	m
$10^{15}$	peta	P	$10^{-6}$	micro	$\mu$
$10^{12}$	tera	T	$10^{-9}$	nano	n
$10^9$	giga	G	$10^{-12}$	pico	p
$10^6$	mega	M	$10^{-15}$	fento	f
$10^3$	quilo	k	$10^{-18}$	ato	a
$10^2$	hecto	h	$10^{-21}$	zepto	z
$10^1$	deca	da	$10^{-24}$	iocto	y

Existem ainda regras específicas para a utilização do SI, algumas delas são:

a) Símbolos das unidades SI

- ✓ Os símbolos das unidades são impressos em caracteres romanos direitos. Em geral os símbolos das unidades são escritos em minúsculas, mas, se o nome da unidade deriva de um nome próprio, a primeira letra do símbolo é maiúscula. O nome da unidade propriamente dita começa sempre por uma minúscula, salvo se se trate de um nome próprio, do primeiro nome de uma frase ou do nome “grau Celsius”.
- ✓ Os símbolos das unidades ficam invariáveis no plural.
- ✓ Os símbolos das unidades não são seguidos de um ponto, salvo se estão no fim de uma frase e o ponto tem a função habitual da pontuação.

b) Expressão algébrica dos símbolos das unidades SI

- ✓ Quando uma unidade derivada é formada pelo produto de duas ou mais unidades, pode ser indicado com os símbolos das unidades separadas por pontos a meia altura ou por um espaço.

Por exemplo: N m ou N·m

- ✓ Quando uma unidade derivada é formada dividindo uma unidade por outra, pode utilizar-se uma barra oblíqua (/), uma barra horizontal ou também expoentes negativos.

Por exemplo: m/s ou  $\frac{m}{s}$  ou  $m \cdot s^{-1}$

- ✓ Nunca deve ser utilizado na mesma linha mais que uma barra oblíqua, a menos que sejam adicionados parêntesis, a fim de evitar qualquer ambiguidade. Em casos complicados devem ser utilizados expoentes negativos ou parênteses.

Por exemplo:  $m/s^2$  ou  $m \cdot s^{-2}$  mas não: m/s/s

c) Utilização dos prefixos SI

- ✓ Os símbolos dos prefixos são impressos em caracteres romanos direitos, sem espaço entre o símbolo do prefixo e o símbolo da unidade.
- ✓ O conjunto formado pela junção do símbolo de um prefixo ao símbolo de uma unidade constitui um novo símbolo inseparável, que pode ser elevado a uma potência positiva ou negativa e que pode ser combinado com outros símbolos de unidades para formar símbolos de unidades compostas.

Por exemplo:  $1 \text{ cm}^3 = (10^{-2} \text{ m})^3 = 10^{-6} \text{ m}^3$

$$1 \text{ cm}^{-1} = (10^{-2} \text{ m})^{-1} = 10^2 \text{ m}^{-1}$$

- ✓ Não são empregues prefixos compostos, ou seja, formados pela justaposição de vários prefixos.

Por exemplo: 1 nm mas não: 1 mμm

- ✓ Um prefixo não pode ser empregue sem uma unidade a que se refira.

Por exemplo:  $10^6/\text{m}^3$  mas não:  $\text{M}/\text{m}^3$

- ✓ Entre as unidades de base do SI, a unidade de massa é a única cujo nome, por razões históricas, contém um prefixo. Os nomes e os símbolos dos múltiplos e submúltiplos decimais da unidade de massa são formados pela junção dos prefixos à palavra "grama" e os símbolos correspondentes ao símbolo g.

## Anexo C – Modelo de diluição dinâmica

Este anexo descreve a base teórica do modelo de diluição e calibração dinâmica [Ferreira, 2008; Matos e Ferreira, 2009].

Este modelo tem aplicação no âmbito da calibração dinâmica de sensores de composição e sensores de caudal, permitindo avaliar a respectiva resposta para diferentes concentrações de um componente usado como traçador ou gás de calibração, bastando para o efeito fazer variar o caudal do traçador, ou o caudal de gás de arraste ou de diluição ou o gás de calibração.

Dada uma mistura de M-1 caudais mássicos de gás ( $G_{mj}$ ,  $j=1,2,...M-1$ ) em paralelo e as respectivas composições molares num total de N componentes ( $y_{ij}$ ,  $i=1,2,...N$ ), de acordo com a Figura C. 1,

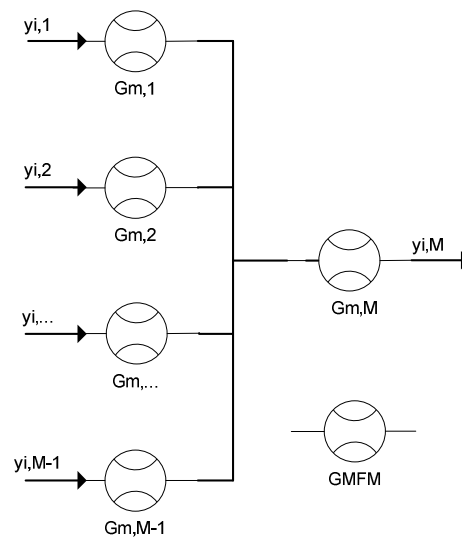


Figura C. 1 – Esquema geral do modelo de diluição dinâmica

O caudal mássico da mistura resultante (M) é dado por,

$$G_{mM} = \sum G_{mj}, j=1,2,...M-1 \quad (\text{Eq. C.1})$$

A composição da mistura (M) resultante pode ser estabelecida a partir do balanço mássico a cada componente ( $i=1, 2, \dots N$ ) da mistura,

$$G_{miM} = \sum G_{mij} \quad (\text{Eq. C.2})$$

ou seja, tendo em conta a equação dos gases perfeitos, vem

$$\frac{P_M G_{viM} M_i}{R^* T_M} = \sum \frac{P_j G_{vij} M_i}{R^* T_j} \quad (\text{Eq.C.3})$$

Admitindo condições de temperatura e pressão idênticas para todos os sensores de caudal, vem

$$G_{viM} = \sum G_{vij} \quad (\text{Eq.C.4})$$

ou seja

$$G_{viM} y_{iM} = \sum G_{vij} y_{ij} \quad (\text{Eq.C.5})$$

ou ainda

$$\frac{G_{viM} y_{iM}}{M_{GM}} = \sum \frac{G_{vij} y_{ij}}{M_{Gj}} \quad (\text{Eq.C.6})$$

em que

$$M_{GM} = \sum y_{iM} M_i \quad (\text{Eq.C.7})$$

e

$$\sum y_{iM} = 1 \quad (\text{Eq.C.8})$$

mas também para o jésimo sensor de caudal mássico, a massa molar do gás que o atravessa

$$M_{Gj} = \sum y_{ij} M_i \quad (\text{Eq.C.9})$$

e

$$\sum y_{ij} = 1 \quad (\text{Eq.C.10})$$

Re-escrevendo a Eq.C.6, vem

$$\frac{y_{iM}}{\sum y_{iM} M_i} = \frac{1}{G_{viM}} \sum \frac{G_{vij} y_{ij}}{M_{Gj}} \quad (\text{Eq.C.11})$$

Onde o segundo membro é conhecido (caudal mássico e composição), ou seja

$$b_i = \frac{1}{\sum G_{mj}} \sum \frac{G_{mj} y_{ij}}{M_{Gj}} \quad (\text{Eq.C.12})$$

isto é, para o *i*ésimo componente da mistura *M*, vem

$$\frac{y_{iM}}{\sum y_{iM} M_i} = b_i \quad (\text{Eq.C.13})$$

ou rearranjando, vem para o *i*ésimo componente da mistura dos diferentes caudais

$$\sum y_{iM} M_i - \frac{y_{iM}}{b_i} = 0 \quad (\text{Eq.C.14})$$

Re-escrevendo a equação anterior na forma matricial, resulta um sistema de  $N \times N$  equações de *N* espécies gasosas ( $y_{iM}$ ), dada por

$$\begin{bmatrix} \left( M_1 - \frac{1}{b_1} \right) & M_2 & \dots & M_{N-1} & M_N \\ M_1 & \left( M_2 - \frac{1}{b_2} \right) & \dots & M_{N-1} & M_N \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ M_1 & M_2 & \dots & \left( M_{N-1} - \frac{1}{b_{N-1}} \right) & M_N \\ 1 & 1 & \dots & 1 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} y_{1M} \\ y_{2M} \\ \dots \\ y_{N-1,M} \\ y_{N,M} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ \dots \\ 0 \\ 1 \end{bmatrix} \quad (\text{Eq.C.15})$$

Onde a última linha da matriz é a equação da lei de conservação das espécies gasosas dada pela Eq.C.8, que se resolve pelos métodos matriciais clássicos, de forma a determinar a composição molar final (*M*) da mistura gasosa ( $y_{iM}$ ) [Ferreira, 2008; Matos e Ferreira, 2009].

Este modelo de diluição, com a utilização de sistemas de diluição dinâmica adequados pode ser aplicado com grande utilidade na calibração de sensores de composição [Ferreira, 2008; ISO 6145-1, 2003; ISO 6145-7, 2008, Rodrigues *et al.*, 2009]. Uma outra aplicação deste modelo de diluição dinâmica é a calibração dinâmica de GMFM. Ou seja, é possível calcular um caudal mássico de gás desconhecido ( $G_{m2}$ ), de composição conhecida ( $y_{i2}$ ), a partir de um caudal mássico de gás conhecido ( $G_{m1}$ ), de composição conhecida ( $y_{i1}$ ) recorrendo para tal à medição arbitrária de um componente da mistura final ( $y_{iM}$ ).

## Anexo D – Resultados das calibrações

### D1 – Sensor de temperatura, termopar tipo K

Tabela D. 1 – Resultados da avaliação do circuito de medida do termopar (junção de referência)

Patamar [°C]	$T_P$ [°C] (junto ao CJC)	$V_t$ [mV]	$V_{CJC}$ [volt]	$T_{Ref}$ [K]	$V_{Ref}$ [mV]
0	25,7	627	614	298,3	1,007
10	25,9	632	618	298,5	1,014
20	26,0	634	620	298,6	1,017
30	26,0	634	624	298,7	1,024
40	26,1	637	624	298,7	1,024
50	26,4	644	628	298,9	1,030

Tabela D. 2 – Resultados da avaliação do circuito de medida do termopar (junção de medição)

Patamar [°C]	T padrão [°C] (junto ao termopar)	$V_{CMed}$ [volt] (multímetro)	$V_{Med}$ [mV]	$V_T$ [mV]	$T_{Med}$ (K)	T termopar [°C] (NUNCAL)	Erro [K]	Incerteza [K]
0	0,0	-1,019	-1,019	-0,012	272,8	-0,1	-0,1	0,6
10	10,8	-0,593	-0,593	0,421	283,7	10,6	-0,1	1,2
20	20,0	-0,236	-0,236	0,781	292,7	19,7	-0,3	1,2
30	32,1	0,257	0,257	1,281	305,0	32,1	0,1	1,2
40	42,1	0,671	0,671	1,695	315,2	42,0	0,0	1,2
50	51,2	1,025	1,025	2,055	324,0	50,9	-0,3	1,2

**D2 – Sensor de pressão barométrica, PMB100**

Tabela D. 3 – Resultados da calibração descendente do sensor de pressão PMB100

P Padrão gerada [Pa]	P Padrão + P Referência [Pa]	P PMB100 [Pa]	Erro [Pa]	Incerteza [Pa]	Erro de Histerese [Pa]
-5001	96408	96442	35	60	4
-4499	96910	96948	38	60	7
-3999	97410	97446	36	60	15
-3499	97910	97943	33	60	23
-3001	98408	98432	24	60	17
-2499	98910	98928	18	60	11
-2001	99408	99420	12	60	17
-1501	99908	99909	2	60	14
-1001	100408	100409	0	60	21
-500	100909	100904	-6	60	15
-200	101209	101196	-13	60	19
0	101409	101409	-	-	-
201	101610	101607	-3	60	3
502	101911	101909	-2	60	4
1001	102410	102403	-7	60	2
1498	102907	102904	-4	60	10
2002	103411	103404	-7	60	9
2501	103910	103907	-3	60	17
3003	104412	104400	-12	60	10
3500	104909	104894	-15	60	3
3999	105408	105397	-11	60	18
4502	105911	105899	-12	60	14
5001	106410	106394	-16	60	14

**D3 – GMFM1 Omron (0-1 l·min<sup>-1</sup>)**Tabela D. 4 – Resultados da calibração do sensor GMFM1 com N<sub>2</sub> (26-06-2009)

n	$M_G$ [g·mol <sup>-1</sup> ]	$G_{v,Ref}$ [l·min <sup>-1</sup> ]	$P$ [Pa]	$T$ [K]	$G_{m,Ref}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	Incerteza [g·min <sup>-1</sup> ]	V [volt]
0	28,02	0,000	101631	296,9	0,000	-	1,005
1	28,02	0,212	101630	296,9	0,245	0,006	2,286
2	28,02	0,397	101630	296,9	0,458	0,011	3,126
3	28,02	0,515	101627	296,9	0,594	0,015	3,562
4	28,02	0,669	101627	296,8	0,771	0,019	4,081
5	28,02	0,773	101628	296,9	0,892	0,022	4,393
6	28,02	0,933	101628	296,9	1,076	0,026	4,822

Tabela D. 5 – Resultados da calibração do sensor GMFM1 com N<sub>2</sub> (10-08-2009)

n	$M_G$ [g·mol <sup>-1</sup> ]	$G_{v,Ref}$ [l·min <sup>-1</sup> ]	$P$ [Pa]	$T$ [K]	$G_{m,Ref}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	Incerteza [g·min <sup>-1</sup> ]	V [volt]
0	28,02	0,000	101543	297,1	0,000	-	1,004
1	28,02	0,167	101543	297,1	0,193	0,005	2,080
2	28,02	0,253	101541	297,2	0,292	0,007	2,518
3	28,02	0,479	101537	296,9	0,552	0,013	3,479
4	28,02	0,620	101538	297,1	0,715	0,017	3,939
5	28,02	0,816	101540	296,9	0,940	0,023	4,515
6	28,02	0,966	101538	296,8	1,113	0,027	4,919



Tabela D. 6 – Resultados da calibração do sensor GMFM1 com N<sub>2</sub> (11-08-2009)

n	$M_G$ [g·mol <sup>-1</sup> ]	$G_{v,Ref}$ [l·min <sup>-1</sup> ]	$P$ [Pa]	$T$ [K]	$G_{m,Ref}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	Incerteza [g·min <sup>-1</sup> ]	V [volt]
0	28,02	0,000	101595	299,2	0,000	-	1,003
1	28,02	0,919	101589	299	1,052	0,026	4,815
2	28,02	0,772	101583	298,7	0,884	0,022	4,302
3	28,02	0,609	101583	298,8	0,698	0,017	3,854
4	28,02	0,451	101579	298,6	0,517	0,013	3,327
5	28,02	0,346	101579	298,6	0,396	0,01	2,927
6	28,02	0,182	101591	299,5	0,209	0,005	2,144

 Tabela D. 7 – Resultados da calibração do sensor GMFM1 com O<sub>2</sub> (11-08-2009)

n	$M_G$ [g·mol <sup>-1</sup> ]	$G_{v,Ref}$ [l·min <sup>-1</sup> ]	$P$ [Pa]	$T$ [K]	$G_{m,Ref}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	Incerteza [g·min <sup>-1</sup> ]	V [volt]
0	32,00	0,000	101571	299,8	0,000	-	1,003
1	32,00	0,903	101559	300,1	1,176	0,029	4,746
2	32,00	0,702	101564	300,1	0,915	0,022	4,193
3	32,00	0,552	101567	299,9	0,720	0,018	3,674
4	32,00	0,423	101567	299,8	0,551	0,013	3,206
5	32,00	0,326	101569	299,9	0,425	0,01	2,801
6	32,00	0,212	101569	299,6	0,277	0,007	2,292

Tabela D. 8 – Resultados da calibração do sensor GMFM1 com CO<sub>2</sub> (11-08-2009)

n	$M_G$ [g·mol <sup>-1</sup> ]	$G_{v,Ref}$ [l·min <sup>-1</sup> ]	$P$ [Pa]	$T$ [K]	$G_{m,Ref}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	Incerteza [g·min <sup>-1</sup> ]	V [volt]
0	44,01	0,000	101565	299,1	0,000	-	1,003
1	44,01	0,554	101563	299,1	0,995	0,024	4,944
2	44,01	0,458	101562	299	0,823	0,02	4,490
3	44,01	0,396	101561	299,4	0,712	0,017	4,203
4	44,01	0,299	101560	299,2	0,537	0,013	3,602
5	44,01	0,213	101561	299,1	0,383	0,009	3,010
6	44,01	0,127	101565	299,1	0,228	0,006	2,277

**D4 – GMFM2 Honeywell (0-5 l·min<sup>-1</sup>)**Tabela D. 9 – Resultados da calibração do sensor GMFM2 com N<sub>2</sub> (26-06-2009)

n	$M_G$ [g·mol <sup>-1</sup> ]	$G_{v,Ref}$ [l·min <sup>-1</sup> ]	$P$ [Pa]	$T$ [K]	$G_{m,Ref}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	Incerteza [g·min <sup>-1</sup> ]	V [volt]
0	28,02	0,000	101622	297,8	0,000	-	1,048
1	28,02	0,546	101620	297,5	0,629	0,015	1,406
2	28,02	1,013	101621	297,9	1,165	0,028	1,754
3	28,02	1,514	101611	297,9	1,740	0,043	2,150
4	28,02	1,949	101610	297,7	2,242	0,055	2,482
4	28,02	3,022	101613	297,6	3,477	0,085	3,331
6	28,02	3,997	101612	297,5	4,601	0,112	4,082
7	28,02	4,776	101615	297,5	5,498	0,134	4,649

Tabela D. 10 – Resultados da calibração do sensor GMFM2 com N<sub>2</sub> (11-08-2009)

n	$M_G$ [g·mol <sup>-1</sup> ]	$G_{v,Ref}$ [l·min <sup>-1</sup> ]	$P$ [Pa]	$T$ [K]	$G_{m,Ref}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	Incerteza [g·min <sup>-1</sup> ]	V [volt]
0	28,02	0,000	101643	296,3	0,000	-	1,059
1	28,02	0,696	101639	296,0	0,805	0,020	1,516
2	28,02	1,363	101638	296,2	1,576	0,038	2,108
3	28,02	1,788	101639	296,2	2,068	0,050	2,421
4	28,02	2,512	101636	296,4	2,903	0,071	2,979
4	28,02	3,305	101640	296,2	3,823	0,093	3,600
6	28,02	4,216	101641	296,4	4,872	0,119	4,287
7	28,02	4,705	101643	296,3	5,439	0,133	4,647

 Tabela D. 11 – Resultados da calibração do sensor GMFM2 com O<sub>2</sub> (11-08-2009)

n	$M_G$ [g·mol <sup>-1</sup> ]	$G_{v,Ref}$ [l·min <sup>-1</sup> ]	$P$ [Pa]	$T$ [K]	$G_{m,Ref}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	Incerteza [g·min <sup>-1</sup> ]	V [volt]
0	32,00	0,000	101653	297,4	0,000	-	1,058
1	32,00	1,050	101659	297,3	1,382	0,034	1,815
2	32,00	1,486	101658	297,1	1,957	0,048	2,140
3	32,00	2,032	101660	297,3	2,674	0,065	2,586
4	32,00	2,511	101660	297,4	3,304	0,081	2,957
4	32,00	3,279	101656	297,5	4,312	0,105	3,541
6	32,00	3,999	101655	297,4	5,261	0,128	4,084
7	32,00	4,605	101653	297,4	6,058	0,148	4,512

Tabela D. 12 – Resultados da calibração do sensor GMFM2 com Argon (11-08-2009)

n	$M_G$ [g·mol <sup>-1</sup> ]	$G_{v,Ref}$ [l·min <sup>-1</sup> ]	$P$ [Pa]	$T$ [K]	$G_{m,Ref}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	Incerteza [g·min <sup>-1</sup> ]	V [volt]
0	39,94	0,000	101653	298,9	0,000	-	1,064
1	39,94	1,071	101655	299,0	1,749	0,043	1,810
2	39,94	1,313	101656	299,1	2,144	0,052	1,999
3	39,94	1,990	101656	299,0	3,250	0,079	2,518
4	39,94	2,612	101657	299,0	4,266	0,104	2,994
4	39,94	3,406	101657	298,9	5,566	0,136	3,569
6	39,94	3,952	101653	298,8	6,459	0,157	3,982
7	39,94	4,572	101652	298,9	7,470	0,182	4,412

Tabela D. 13 – Resultados da calibração do sensor GMFM2 com CO<sub>2</sub> (11-08-2009)

n	$M_G$ [g·mol <sup>-1</sup> ]	$G_{v,Ref}$ [l·min <sup>-1</sup> ]	$P$ [Pa]	$T$ [K]	$G_{m,Ref}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	Incerteza [g·min <sup>-1</sup> ]	V [volt]
0	44,01	0,000	101670	298,0	0,000	-	1,058
1	44,01	0,829	101655	297,8	1,497	0,037	2,103
2	44,01	1,137	101656	297,9	2,055	0,050	2,558
3	44,01	1,400	101659	298,0	2,528	0,062	2,924
4	44,01	1,723	101660	298,1	3,110	0,076	3,330
4	44,01	2,203	101660	298,0	3,978	0,097	3,943
6	44,01	2,537	101661	298,2	4,578	0,112	4,368
7	44,01	3,053	101662	298,2	5,510	0,134	4,957

Tabela D. 14 – Resultados da calibração do sensor GMFM2 com AirS (11-08-2009)

n	$M_G$ [g·mol <sup>-1</sup> ]	$G_{v,Ref}$ [l·min <sup>-1</sup> ]	$P$ [Pa]	$T$ [K]	$G_{m,Ref}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	Incerteza [g·min <sup>-1</sup> ]	V [volt]
0	28,97	0,000	101628	299,7	0,000	-	1,051
1	28,97	0,988	101621	300,0	1,166	0,028	1,752
2	28,97	1,514	101618	299,7	1,789	0,044	2,164
3	28,97	2,191	101620	299,8	2,587	0,063	2,699
4	28,97	2,676	101621	299,9	3,159	0,077	3,070
4	28,97	3,381	101621	299,9	3,992	0,097	3,611
6	28,97	3,902	101621	299,9	4,607	0,112	4,002
7	28,97	4,553	101623	300,0	5,374	0,131	4,478

## D5 – GMFM3 Honeywell (0-20 l·min<sup>-1</sup>)

Tabela D. 15 – Resultados da calibração do sensor GMFM3 com AirS (26-06-2009)

n	$M_G$ [g·mol <sup>-1</sup> ]	$G_{v,Ref}$ [l·min <sup>-1</sup> ]	$P$ [Pa]	$T$ [K]	$G_{m,Ref}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	Incerteza [g·min <sup>-1</sup> ]	V [volt]
0	28,97	0,000	101610	298,2	0,000	-	1,002
1	28,97	1,987	101606	297,9	2,362	0,058	1,343
2	28,97	3,068	101606	297,8	3,648	0,089	1,552
3	28,97	5,003	101595	297,7	5,949	0,145	1,928
4	28,97	5,930	101583	297,0	7,067	0,172	2,128
5	28,97	9,092	101590	298,2	10,793	0,263	2,726

Tabela D. 16 – Resultados da calibração do sensor GMFM3 com AirS (10-08-2009)

n	$M_G$ [g·mol <sup>-1</sup> ]	$G_{v,Ref}$ [l·min <sup>-1</sup> ]	$P$ [Pa]	$T$ [K]	$G_{m,Ref}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	Incerteza [g·min <sup>-1</sup> ]	V [volt]
0	28,97	0,000	101499	299,2	0,000	-	0,999
1	28,97	2,443	101494	298,6	2,893	0,071	1,449
2	28,97	4,441	101490	298,9	5,254	0,128	1,858
3	28,97	8,130	101489	298,6	9,629	0,235	2,584
4	28,97	10,854	101489	298,6	12,855	0,313	3,108
5	28,97	12,884	101488	298,8	15,248	0,372	3,484
6	28,97	15,450	101485	298,8	18,285	0,446	4,023
7	28,97	18,980	101485	299,0	22,447	0,548	4,730

Tabela D. 17 – Resultados da calibração do sensor GMFM3 com AirS (11-08-2009)

n	$M_G$ [g·mol <sup>-1</sup> ]	$G_{v,Ref}$ [l·min <sup>-1</sup> ]	$P$ [Pa]	$T$ [K]	$G_{m,Ref}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	Incerteza [g·min <sup>-1</sup> ]	V [volt]
0	28,97	0,000	101610	299,3	0,000	-	1,004
1	28,97	2,096	101609	299,5	2,478	0,060	1,435
2	28,97	4,725	101608	299,5	5,586	0,136	1,949
3	28,97	7,718	101606	299,3	9,129	0,222	2,513
4	28,97	10,756	101606	299,2	12,728	0,310	3,102
5	28,97	13,454	101606	299,4	15,910	0,388	3,634
6	28,97	15,410	101603	299,4	18,222	0,444	3,999
7	28,97	18,720	101602	299,3	22,143	0,540	4,669

## D6 – Sensor de oxigénio, electroquímica

Tabela D. 18 – Resultados da calibração simples do sensor de O<sub>2</sub>, electroquímica (21-09-2009)

CRM [%v/v]	V [volt]	Incerteza [%v/v]
0,00	0,000	0,06
4,03	0,315	0,13
20,93	2,027	0,15

Tabela D. 19 – Resultados da calibração dinâmica do sensor de O<sub>2</sub>, electroquímica (18-09-2009)

n	$P$ [Pa]	$T$ [K]	$G_{m2,N2}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	$G_{m1,O2}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	$C_{O2}$ [%v/v]	V [volt]	Incerteza [%v/v]
0	101379	295	4,296	0,001	0,0	0,000	0,10
1	101386	295	4,289	0,180	3,5	0,293	0,14
2	101390	295	4,290	0,294	5,7	0,514	0,22
3	101393	295	4,292	0,441	8,3	0,782	0,30
4	101396	295	4,189	0,580	10,8	1,043	0,38
5	101403	296	3,632	0,635	13,3	1,304	0,46
6	101408	296	2,911	0,709	17,6	1,729	0,59
7	101407	295	2,399	0,701	20,4	1,995	0,67
8	101411	296	2,256	0,768	23,0	2,274	0,72

## D7 – Sensor de dióxido de carbono, NDIR

 Tabela D. 20 – Resultados da calibração simples do sensor de CO<sub>2</sub>, NDIR (21-09-2009)

CRM [%v/v]	V [volt]	Incerteza [%v/v]
0	0,010	0,06
4,02	1,137	0,13
14,93	3,994	0,22

 Tabela D. 21 – Resultados da calibração dinâmica do sensor de CO<sub>2</sub>, NDIR (17-09-2009)

n	$P$ [Pa]	$T$ [K]	$G_{m2,N2}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	$G_{m1,CO2}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	$C_{CO2}$ [%v/v]	V [volt]	Incerteza [%v/v]
0	101072	295,6	4,072	0,004	0,068	0,0162	0,10
1	101067	295,3	4,450	0,252	3,475	0,9412	0,14
2	101063	295,4	4,505	0,443	5,895	1,5557	0,22
3	101065	295,9	4,194	0,582	8,114	2,1288	0,30
4	101066	295,4	3,292	0,587	10,205	2,6636	0,37
5	101059	296,4	2,534	0,610	13,301	3,4101	0,47
6	101059	295,9	2,029	0,595	15,734	4,0198	0,54
7	101060	296,2	1,468	0,572	19,877	4,8385	0,65

Tabela D. 22 – Resultados da calibração dinâmica do sensor de CO<sub>2</sub>, NDIR (18-09-2009)

n	$P$ [Pa]	$T$ [K]	$G_{m2,N2}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	$G_{m1,CO2}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	$C_{CO2}$ [%v/v]	V [volt]	Incerteza [%v/v]
0	101315	294	4,539	0,006	0,1	0,016	0,10
1	101319	294	4,528	0,258	3,5	0,956	0,14
2	101320	294	4,528	0,436	5,8	1,541	0,22
3	101324	294	4,527	0,706	9,0	2,384	0,33
4	101326	294	3,554	0,700	11,1	2,943	0,40
5	101327	294	2,684	0,700	14,2	3,699	0,50
6	101332	294	2,139	0,702	17,3	4,382	0,58

## D8 – Sensor de oxigénio, sonda de zircónio

Tabela D. 23 – Resultados da calibração simples do sensor de O<sub>2</sub>, zircónio (21-09-2009)

Concentração CRM [%v/v]	Ln Concentração	V [volt]
4,03	1,394	1,302
20,93	3,041	-0,328

Tabela D. 24 – Resultados da calibração dinâmica do sensor de O<sub>2</sub>, zircónio (18-09-2009)

n	$P$ [Pa]	$T$ [K]	$G_{m2,N2}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	$G_{m1,O2}$ [g·min <sup>-1</sup> ]	$C_{O2}$ [%v/v]	$\ln C_{O2}$ [%v/v]	V [volt]
0	101427	296	1,613	0,545	22,813	3,1273	-0,3692
1	101429	296	1,895	0,522	19,440	2,9673	-0,2223
2	101429	295	2,316	0,510	16,152	2,7821	-0,0577
3	101429	295	2,869	0,496	13,147	2,5762	0,1297
4	101430	295	3,454	0,486	10,969	2,3951	0,3003
5	101436	296	4,381	0,475	8,662	2,1590	0,5253
6	101439	296	4,378	0,236	4,512	1,5068	1,1467



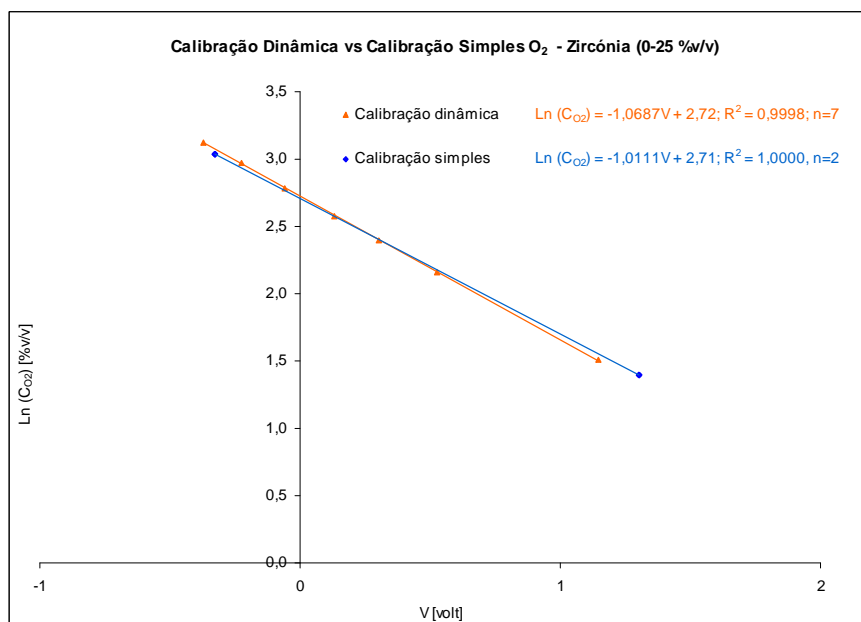


Figura D. 1 – Resultados da calibração do sensor de O<sub>2</sub>, zircónio

## D9 – Sensor de HR/T

Foram efectuados testes ao sensor de humidade relativa/temperatura com recurso a uma solução saturada de H<sub>2</sub>O destilada e uma solução de H<sub>2</sub>O saturada em NaCl, de acordo com o respectivo manual do fabricante [Vaisala Oyj, 1998].

Foram ainda efectuados alguns ensaios de evaporação com recurso ao sistema de evaporação contendo água destilada e avaliada a resposta do sensor de HR/T. O sensor de HR/T foi também comparado, nas mesmas condições, com outro sensor com o mesmo princípio de medição, no entanto, os resultados obtidos não foram conclusivos.

É recomendado uma pesquisa sobre os procedimentos e padrões para calibração deste tipo de sensores, assim como estudar com detalhe as condições de operação.

## D10 – Sensor de amónia

O sensor de amónia foi testado com recurso a uma solução aquosa de amónia diluída em H<sub>2</sub>O. No entanto os resultados não foram conclusivos.

A calibração deste sensor com recurso ao sistema de evaporação [Ferreira, 2008] deverá ser acompanhada de um controlo criterioso das condições de operação. Uma outra alternativa é a calibração do sensor com uma mistura gasosa de NH<sub>3</sub>, no entanto estas misturas são difíceis de obter mesmo não sendo certificadas.

## Anexo E – Operação do programa NUNCAL

O controlo dos sistemas de medição inclui um vasto conjunto de operações como, controlo pneumático dos circuitos de gás, a selecção do termopar de medida e a leitura dos vários sensores, funções de calibração, entre outras. Estas operações são possíveis com recurso a programação adequada desenvolvida anteriormente no âmbito das aplicações no laboratório [Matos, 1995; Ferreira, 2008] e actualizada de forma a corresponder às configurações e funcionalidades actuais dos sistemas de medição.

Para este efeito é utilizado um programa NUNCAL (interface principal apresentado na Figura E. 1), o qual é uma actualização da anterior versão VIVCAL [Ferreira, 2008]. Este programa permite fazer o controlo do sistema de medição, assim como fazer a aquisição automática de dados.

```
"X – Fim de alterações "
"      *** FUNCOES BASICAS ***      "
"A – Inicialização da TEMPERATURA (CJC) e PRESSAO ATMOSFERICA "
"B – Leitura da TEMPERATURA "
"C – Leitura da CONCENTRACAO GASOSA "
"D – Leitura da CONCENTRACAO esperada de GÁS ou VAPOR numa MISTURA GASOSA "
"E – Leitura do CAUDAL MISTURA GASOSA em caudalímetros "
"      *** FUNCOES DE ENSAIO ***      "
"G – Ensaio de evaporação "
"      *** FUNCOES DE CALIBRACAO ***      "
"K – Calibração de sensores de pressão "
"L – Calibração de analisadores de gás "
"N – Calibração simples de caudalímetros "
"O – Calibração dinâmica de sensores de gás "
"P – Calibração dinâmica de sensores de vapor "
"Q – Calibração dinâmica de sensores de caudalímetros "
"      *** FUNCOES DE CONTROLO DO SISTEMA REACCIONAL COMPOSTAGEM ***      "
"V – Selecciona COMP "
```

Figura E. 1 – Menu principal do programa de aquisição automática de dados

Esta programação é aplicável à placa de aquisição automática de dados utilizada e foi desenvolvida em linguagem QuickBasic v4.5, para DOS.

As funcionalidades do programa NUNCAL são:

A – Mede a temperatura do circuito de junção fria – CJC e Pressão atmosférica<sup>40</sup>

B – Permite medir a temperatura do termopar seleccionado, com possibilidade de ler até 7 termopares diferentes

C – Permite fazer a leitura dos vários sensores que compõem o sistema de medição

Tabela E. 1 – Designação dos sensores constituintes do sistema de medição

Opção	Sensor
1	Temperatura (°C)
2	Dióxido de Carbono (0 a 20 %v/v)
3	Humidade Relativa (0 a 100 %)
4	Temperatura junto ao sensor de HR (0 a 120 °C)
5	Oxigénio, sonda de Zircónio (0 a 25 %v/v)
6	Oxigénio, sonda de Electroquímica (0 a 25 %v/v)
7	Amónia (0 a 1000 ppm)
8	GMFM1 (0 a 1 l·min <sup>-1</sup> )
9	GMFM2 (0 a 5 l·min <sup>-1</sup> )
10	GMFM3 (0 a 20 l·min <sup>-1</sup> )
11	GMFM4 (0 a 1 l·min <sup>-1</sup> )

D – Permite fazer um ensaio de evaporação de uma solução aquosa tendo em conta a tabela de gases/vapor disponíveis

<sup>40</sup> Esta operação deverá ser executada sempre que se inicia o sistema, e sempre que se pretenda fazer uma medição em que a temperatura possa ter influência.

Tabela E. 2 – Lista de gases e vapor disponíveis no modelo NUNCAL

Opção	Gás / Vapor	Opção	Gás / Vapor
1	Ar	2	AirS
3	CO	4	CO <sub>2</sub>
5	H <sup>2</sup>	6	H <sub>2</sub> O
7	N <sub>2</sub>	8	NO
9	NO <sub>2</sub>	10	N <sub>2</sub> O
11	NH <sub>3</sub>	12	O <sub>2</sub>
13	SO <sub>2</sub>	14	CL <sub>2</sub>
15	HCL	16	F <sub>2</sub>
17	HF	18	CH <sub>4</sub>
19	H <sub>2</sub> S	20	AirR
21	Nhex	22	BuOH
23	AirA		

E – Permite ler a resposta de um GMFM em relação ao gás que o atravessa (output), caudal mássico de referência, caudal mássico actual, caudal volumétrico actual

G – Permite efectuar ensaios de evaporação, com recurso ao sistema de diluição e ao sistema de evaporação de soluções aquosas

K – Permite fazer a calibração de sensores de pressão

L – Permite fazer a calibração simples de sensores de composição (em vários pontos ou apenas num ponto)

N – Permite fazer a calibração simples de caudalímetros ou GMFM com recurso a sistemas de calibração padrão

O – Permite fazer a calibração de sensores de composição através do método de calibração dinâmica ao longo da gama de medição, recorrendo ao sistema de diluição

P – Permite fazer a calibração de sensores de vapores através da geração dinâmica de várias concentrações ao longo da gama de medição, recorrendo ao sistema de diluição e ao sistema de evaporação de soluções aquosas

Q – Permite efectuar a calibração dinâmica de caudalímetros ou GMFM, ou seja, com recurso a um caudalímetro padrão, a um gás usado como traçador e ainda a um sensor para medir o gás traçador

V – Permite seleccionar qualquer configuração possível nos dois sistemas com recurso ao sistema de relés instalado

Tabela E. 3 – Controlo remoto dos sistemas de medição

Opção	Configuração
0	Mantém o sistema desligado
1	Acciona o circuito de aspiração
2	Lê a pressão absoluta na linha de aspiração
4	Acciona a entrada de span
8	Acciona a entrada de ar zero
16	Acciona a entrada de amostra
32	Acciona o sistema pneumático do GMFM1 com sistema de evaporação
64	Acciona o sistema pneumático do GMFM2
128	Acciona o sistema pneumático do GMFM 3

X – Permite sair do programa NUNCAL

O sistema de medição possui uma placa que incorpora os sinais analógicos de todos os sensores que os constituem de acordo com a tabela seguinte,

Tabela E. 4 – Posição dos vários sensores dos sistemas de medição

Sensor	Canal/Posição
Pressão Absoluta	0
Temperatura	1
Dióxido de Carbono	2
Humidade Relativa	3
Temperatura (Pt100)	4
Oxigénio, Zircónia	5
Oxigénio, Electroquímica	6
Amónia	7
GMFM1	8
GMFM2	9
GMFM3	10
GMFM4	11
-	12
CJC	13

Este programa possui ainda um ficheiro onde são impressos os resultados das calibrações efectuadas chamado COMPCAL.DAT.

Os dados da calibração dos GMFM são definidas no ficheiro COMPMFM.DAT e os dados de calibração dos sensores de composição são definidas no ficheiro COMPSENS.DAT.

## Anexo F – Certificação da mistura de CO<sub>2</sub>

No decorrer deste trabalho, foi utilizada uma mistura binária de CO<sub>2</sub> em N<sub>2</sub>. Com o objectivo de determinar a concentração de CO<sub>2</sub> na mistura, foi efectuada uma certificação. Para a certificação da mistura de CO<sub>2</sub> foi utilizado um analisador de referência previamente calibrado, o qual mede CO<sub>2</sub> através de método NDIR – Infra-Vermelho Não Dispersivos. A melhor incerteza obtida na calibração do analisador de referência foi calculada de acordo com [Rodrigues *et. al.*, 2009].

O procedimento utilizado é apresentado sumariamente de seguida,

- i. Calibração do analisador de referência para o parâmetro CO<sub>2</sub>;
- ii. Efectuar uma série de leituras da mistura a certificar;
- iii. Verificação do analisador de referência;
- iv. Calcular a incerteza expandida da certificação;

A Tabela F. 1 apresenta os dados da calibração e a Tabela F. 2 apresentam os resultados da certificação da mistura de CO<sub>2</sub>.

Tabela F. 1 – Dados da certificação da mistura de CO<sub>2</sub>

Equipamento Calibrado	Mistura de CO <sub>2</sub> em N <sub>2</sub>	
	Garrafa:	B15
	Número:	P2868L/A1369
Data da Certificação	16-09-2009	
Condições Ambientais	Temperatura [°C]	21
	Humidade Relativa [%]	64
Rastreabilidade	Analisador de referência (Horiba – NDIR) calibrado de acordo com (Rodrigues <i>et. al.</i> , 2009)	
Incertezas	<p>“A incerteza expandida apresentada foi estimada de acordo com a metodologia descrita no documento EA-4/02, a partir das componentes melhor incerteza da calibração do analisador de referência, da resolução do analisador de referência e do desvio padrão das leituras. A incerteza expandida está expressa pela incerteza padrão multiplicada por um factor de expansão k=2, que para uma distribuição Normal corresponde a um intervalo de confiança de aproximadamente 95%”.</p>	

Tabela F. 2 – Resultado da certificação da mistura de CO<sub>2</sub>

Valor médio de CO <sub>2</sub> no analisador de referência [%v/v]	Incerteza [%v/v]
14,93	0,17

A Tabela F. 3 apresenta o balanço da incerteza na certificação da mistura de CO<sub>2</sub>.

 Tabela F. 3 – Balanço da incerteza na certificação da mistura de CO<sub>2</sub>

Fontes de Incerteza  $(X_i)$	Estimativas  $(x_i)$	Incertezas padrão  $(u(x_i))$	Coefficientes de sensibilidade  $(c_i)$	Incerteza padrão parcial  $(u_i(y))$	Graus de liberdade  $(v_i)$
Equipamento de Referência	0,14 [%v/v]	0,081	1	0,081	50
Resolução	0,005 [%v/v]	0,003	1	0,003	500000
Desvio padrão	0,006 [%v/v]	0,003	1	0,003	4
Y	y	Incerteza padrão da medição $(u(y))$		0,081	
		Graus de liberdade efectivos $(v_{eff})$		50	
		Factor de expansão $(k)$		2,05	
		Incerteza expandida de medição $(U)$		0,17	
		$Y = y \pm U$			



## **Anexo G – Calibração do cronómetro**

### **G1 – Procedimento de calibração**

O procedimento de calibração consistiu na comparação directa do cronómetro com um cronómetro de referência. Este procedimento é correntemente utilizado pelos laboratórios de calibração deste tipo de equipamentos.

- i. Colocar os dois cronómetros num local onde ambos estejam sujeitos às mesmas condições ambientais;
- ii. Configurar os dois cronómetros de forma a ambos começarem a contagem em zero;
- iii. Iniciar a contagem de tempo em simultâneo nos dois cronómetros;
- iv. Esperar um tempo aproximado de 24 horas ou cerca de 86400 segundos;
- v. Parar a contagem dos dois cronómetros ao mesmo tempo;
- vi. Registar os tempos cronometrados pelos dois cronómetros;
- vii. Registar as condições ambientais durante a calibração;
- viii. Avaliar os resultados da calibração;

### **G2 – Resultados da calibração**

A calibração do sensor de cronómetro foi efectuada por comparação num período de 24 horas aproximadamente.

A Tabela G. 1 apresenta os dados da calibração e a Tabela G. 2 apresenta os resultados da calibração do cronómetro.

A Tabela G. 3 apresenta o balanço da incerteza na calibração do cronómetro.

Tabela G. 1 – Dados da calibração do cronómetro

Cronómetro digital		
Equipamento	Marca:	Oregon
Calibrado	Modelo:	Scientific
	N.º Série:	-
Data da Calibração	30-06-2009	
Condições Ambientais	Temperatura [°C]	24
	Humidade Relativa [%]	59
Rastreabilidade	Cronómetro padrão (IPAC – M0013) com incerteza máxima de 1,3 s/24h	
Incertezas	“A incerteza expandida apresentada foi estimada de acordo com a metodologia descrita no documento EA-4/02, a partir das componentes da incerteza do padrão, do operador e das características do equipamento calibrado (resolução). A incerteza expandida está expressa pela incerteza padrão multiplicada por um factor de expansão $k=2$ , que para uma distribuição Normal corresponde a um intervalo de confiança de aproximadamente 95%”.	

Tabela G. 2 – Resultado da calibração do cronómetro

Leitura no Padrão [s]	Leitura no Equipamento [s]	Erro [s]	Incerteza [s]
86399,4	86399	-0,4	2,0

Tabela G. 3 – Balanço da incerteza na calibração do cronómetro

Fontes de Incerteza $(X_i)$	Estimativas $(x_i)$	Incertezas padrão $(u(x_i))$	Coeficientes de sensibilidade $(c_i)$	Incerteza padrão parcial $(u_i(y))$	Graus de liberdade $(v_i)$
Padrão	1,3 [s]	0,75	1	0,75	50
Operador	1,0 [s]	0,58	1	0,58	500000
Resolução	0,5 [s]	0,29	1	0,29	500000
Y	y	Incerteza padrão da medição $(u(y))$		0,99	
		Graus de liberdade efectivos $(v_{eff})$		151	
		Factor de expansão $(k)$		2,02	
		Incerteza expandida de medição $(U)$		2,0	
Y = y ± U					

## Anexo H – Certificado de calibração do multímetro

A Figura H. 1, Figura H. 2 e Figura H. 3 apresentam um exemplo de um certificado de calibração emitido por uma entidade com acreditação, IPAC-M0003 [NP EN ISO/IEC 17025: 2005] para o efeito.

**CATIM**  
Rua dos Plátanos, 197  
4100-414 Porto - Portugal

**Certificado de Calibração**  
Laboratório de Metrologia - Grandezas Eléctricas

<b>Data de Emissão:</b>	2009-01-26	<b>Certificado N°</b>	LMGE20095000474/10	<b>Pág.</b>	1 de 3
-------------------------	------------	-----------------------	--------------------	-------------	--------

**CLIENTE:** ARLINDO DE MATOS  
DEPARTAMENTO DE AMBIENTE E ORDENAMENTO  
UNIVERSIDADE DE AVEIRO  
3810-193 AVEIRO

**EQUIPAMENTO CALIBRADO:** Multímetro digital FLUKE 79 II  
N° de Série: 53000391  
Ref. Int.: 028167

**ESTADO DO EQUIPAMENTO:** Bom estado de conservação.

**CONDIÇÕES AMBIENTAIS:** Temperatura =  $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$  Humidade =  $(45 \pm 15) \% \text{ HR}$

**DATA DE CALIBRAÇÃO:** 2009-01-26

**EQUIPAMENTO PADRAO UTILIZADO:** Calibrador Fluke modelo 5500A, n° série 6940013, calibrado na FLUKE Holanda, acreditação RvA, rastreável ao NM/VSL.

**DESCRIÇÃO DO ENSAIO:** Calibração realizada segundo os procedimentos internos MGE-P01.00 e MGE-P01.05 do Laboratório de Metrologia - Grandezas Eléctricas e manual de serviço/calibração do fabricante.

O IPAC é signatário dos acordos de reconhecimento mútuo da EA para calibrações, ensaios, certificações e inspecções.

O Técnico  
  
(Altino Martins)

O Responsável Técnico  
  
(António Parente)

**IPAC**  
acreditação  
M0003  
Calibração

A incerteza expandida apresentada está expressa pela incerteza padrão multiplicada pelo factor de expansão k=2, o qual para uma distribuição normal corresponde a uma probabilidade de aproximadamente 95%. A incerteza foi calculada de acordo com o documento EA-4/02.

Este documento não pode ser reproduzido, excepto integralmente, sem autorização por escrito do CATIM.

Figura H. 1 – Certificado de calibração do multímetro, página 1

**CATINA**  
Rua dos Rêis, 197  
4710-414 Porto - Portugal

**Certificado de Calibração**  
Laboratório de Metrologia - Grandezas Eléctricas

Multímetro digital FLUKE 79 II      Certificado Nº LMGE20095000474/10      Pág. 2 de 3

Função / Gama	Letura no Padrão	Letura no Equipamento	Erro	Especificação do Fabricante	Incerteza Expandida
<b>Tensão Contínua</b>					
40 mV	curto-circuito	0,00 mV	0,00 mV	$\pm 0,05$ mV	—
	35,0000 mV	35,02 mV	0,02 mV	$\pm 0,16$ mV	$\pm 10$ $\mu$ V
	35,0000 mV	-35,02 mV	-0,02 mV	$\pm 0,16$ mV	$\pm 10$ $\mu$ V
400 mV	0,350000 V	350,1 mV	0,1 mV	$\pm 1,2$ mV	$\pm 0,07$ mV
4 V	curto-circuito	0,000 V	0,000 V	$\pm 0,001$ V	—
	3,50000 V	3,499 V	-0,001 V	$\pm 0,011$ V	$\pm 0,6$ mV
	-3,50000 V	-3,499 V	0,001 V	$\pm 0,011$ V	$\pm 0,6$ mV
40 V	35,000 V	34,99 V	-0,01 V	$\pm 0,11$ V	$\pm 6$ mV
400 V	350,000 V	350,0 V	0,0 V	$\pm 1,2$ V	$\pm 0,05$ V
1000 V	1000,000 V	1001 V	1 V	$\pm 4$ V	$\pm 0,6$ V
<b>Tensão Alternada</b>					
400 mV	20,000 mV    100,00 Hz	20,0 mV	0,0 mV	$\pm 0,6$ mV	$\pm 0,05$ mV
	0,35000 V    100,00 Hz	349,2 mV	-0,8 mV	$\pm 7,0$ mV	$\pm 0,22$ mV
	0,35000 V    1000,0 Hz	347,9 mV	-2,1 mV	$\pm 7,0$ mV	$\pm 0,22$ mV
4 V	200,000 mV    100,00 Hz	0,199 V	-0,001 V	$\pm 0,008$ V	$\pm 0,6$ mV
	3,5000 V    100,00 Hz	3,490 V	-0,010 V	$\pm 0,068$ V	$\pm 2,6$ mV
	3,5000 V    1000,0 Hz	3,478 V	-0,026 V	$\pm 0,068$ V	$\pm 2,6$ mV
40 V	35,000 V    1000,0 Hz	34,90 V	-0,10 V	$\pm 0,37$ V	$\pm 30$ mV
400 V	350,00 V    1000,0 Hz	349,3 V	-0,7 V	$\pm 3,7$ V	$\pm 0,32$ V
750 V	750,00 V    1000,0 Hz	749 V	-1 V	$\pm 9$ V	$\pm 0,6$ V
<b>Resistência</b>					
400 $\Omega$	curto-circuito	0,1 $\Omega$	0,1 $\Omega$	$\pm 0,2$ $\Omega$	—
	100,000 $\Omega$	100,0 $\Omega$	0,0 $\Omega$	$\pm 0,6$ $\Omega$	$\pm 0,06$ $\Omega$
	190,000 $\Omega$	189,9 $\Omega$	-0,1 $\Omega$	$\pm 1,0$ $\Omega$	$\pm 0,07$ $\Omega$
	0,350000 k $\Omega$	349,2 $\Omega$	-0,2 $\Omega$	$\pm 1,6$ $\Omega$	$\pm 0,12$ $\Omega$
4 k $\Omega$	1,00000 k $\Omega$	1,000 k $\Omega$	0,000 k $\Omega$	$\pm 0,006$ k $\Omega$	$\pm 0,6$ $\Omega$
	1,80000 k $\Omega$	1,800 k $\Omega$	0,000 k $\Omega$	$\pm 0,008$ k $\Omega$	$\pm 0,6$ $\Omega$
	3,50000 k $\Omega$	3,499 k $\Omega$	-0,001 k $\Omega$	$\pm 0,015$ k $\Omega$	$\pm 1,2$ $\Omega$
40 k $\Omega$	10,0000 k $\Omega$	10,00 k $\Omega$	0,00 k $\Omega$	$\pm 0,16$ k $\Omega$	$\pm 6$ $\Omega$
	19,0000 k $\Omega$	19,00 k $\Omega$	0,00 k $\Omega$	$\pm 0,08$ k $\Omega$	$\pm 6$ $\Omega$
	35,000 k $\Omega$	35,00 k $\Omega$	0,00 k $\Omega$	$\pm 0,15$ k $\Omega$	$\pm 13$ $\Omega$
400 k $\Omega$	100,000 k $\Omega$	100,0 k $\Omega$	0,0 k $\Omega$	$\pm 0,5$ k $\Omega$	$\pm 0,06$ k $\Omega$
	190,000 k $\Omega$	190,0 k $\Omega$	0,0 k $\Omega$	$\pm 0,9$ k $\Omega$	$\pm 0,07$ k $\Omega$
	0,350000 M $\Omega$	349,2 k $\Omega$	-0,1 k $\Omega$	$\pm 1,5$ k $\Omega$	$\pm 0,14$ k $\Omega$
4 M $\Omega$	1,00000 M $\Omega$	1,000 M $\Omega$	0,000 M $\Omega$	$\pm 0,006$ M $\Omega$	$\pm 0,6$ k $\Omega$
	1,80000 M $\Omega$	1,800 M $\Omega$	0,000 M $\Omega$	$\pm 0,008$ M $\Omega$	$\pm 0,9$ k $\Omega$
	3,50000 M $\Omega$	3,500 M $\Omega$	0,000 M $\Omega$	$\pm 0,015$ M $\Omega$	$\pm 3,2$ k $\Omega$
40 M $\Omega$	10,0000 M $\Omega$	10,00 M $\Omega$	0,00 M $\Omega$	$\pm 0,13$ M $\Omega$	$\pm 10$ k $\Omega$
	19,0000 M $\Omega$	19,00 M $\Omega$	0,00 M $\Omega$	$\pm 0,22$ M $\Omega$	$\pm 23$ k $\Omega$
	35,000 M $\Omega$	34,95 M $\Omega$	-0,05 M $\Omega$	$\pm 0,38$ M $\Omega$	$\pm 0,21$ M $\Omega$
<b>Corrente Contínua</b>					
40 mA	35,000 mA	34,99 mA	-0,01 mA	$\pm 0,19$ mA	$\pm 10$ $\mu$ A
10 A	10,0000 A	10,02 A	0,02 A	$\pm 0,07$ A	$\pm 9$ mA
<b>Corrente Alternada</b>					
40 mA	39,000 mA    50,00 Hz	38,97 mA	-0,03 mA	$\pm 0,60$ mA	$\pm 65$ $\mu$ A
	39,000 mA    1000,0 Hz	39,00 mA	0,00 mA	$\pm 0,61$ mA	$\pm 0,10$ mA

*[Assinatura]*

Este documento não pode ser reproduzido, excepto integralmente, sem autorização por escrito do CATIM.

Figura H. 2 – Certificado de calibração do multímetro, página 2



**CATIM**  
Rua dos Plátanos, 197  
4100-414 Porto - Portugal

**Certificado de Calibração**  
Laboratório de Metrologia - Grandezas Eléctricas

Multímetro digital FLUKE 79 II      Certificado Nº LMGE20095000474/10      Pág. 3 de 3

Função / Gama	Leitura no Padrão	Leitura no Equipamento	Erro	Especificação do Fabricante	Incerteza Expandida
<b>Capacitância</b>					
100,00 nF	circuito aberto	0,10 nF	-----	0 a 0,50 nF	-----
1000,0 nF	circuito aberto	0,2 nF	-----	0 a 0,5 nF	-----
	800,0 nF	799,7 nF	-0,3 nF	± 15,4 nF	± 3,6 nF
10,000 µF	1,100 µF	1,100 µF	0,000 µF	± 0,023 µF	± 7,9 nF
<b>Frequência</b>					
99,9 a 999,9 Hz	800,0 Hz (300,000 mV)	799,9 Hz	-0,1 Hz	± 0,2 Hz	± 0,2 Hz
9,999 a 20,00 kHz	20,00 kHz (300,000 mV)	19,99 kHz	-0,01 kHz	± 0,01 kHz	± 20 Hz

Este documento não pode ser reproduzido, excepto integralmente, sem autorização por escrito do CATIM.

Figura H. 3 – Certificado de calibração do multímetro, página 3